

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2003年12月18日 (18.12.2003)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 03/104523 A1

- (51) 国際特許分類⁷: C23C 16/26, B65D 23/02
- (21) 国際出願番号: PCT/JP03/06331
- (22) 国際出願日: 2003年5月21日 (21.05.2003)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2002-164151 2002年6月5日 (05.06.2002) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 三菱商事プラスチック株式会社 (MITSUBISHI SHOJI PLASTICS CORPORATION) [JP/JP]; 〒141-8535 東京都品

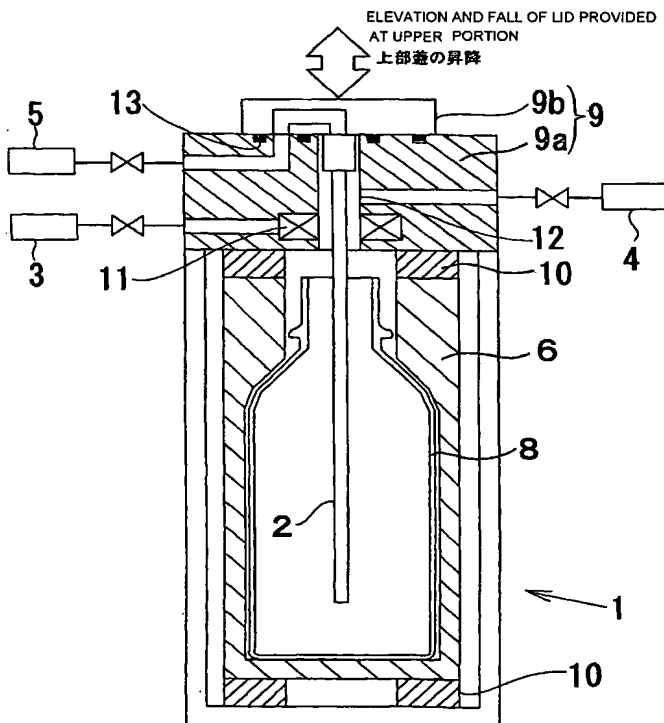
川区 西五反田一丁目 27番 2号 五反田富士ビル Tokyo (JP). 株式会社ユーテック (YOUTEC CO., LTD.) [JP/JP]; 〒270-0156 千葉県流山市大字西平井 956番地の1 Chiba (JP). 麒麟麦酒株式会社 (KIRIN BREWERY COMPANY, LIMITED) [JP/JP]; 〒104-8288 東京都中央区新川2丁目10番1号 Tokyo (JP).

- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 浜 研一 (HAMA, Kenichi) [JP/JP]; 〒141-8535 東京都品川区西五反田一丁目 27番 2号 五反田富士ビル 三菱商事プラスチック株式会社内 Tokyo (JP). 鹿毛 剛 (KAGE, Tsuyoshi) [JP/JP]; 〒141-8535 東京都品川区西五反田一丁目 27番 2号 五反田富士ビル 三菱商事プラスチック株式会社内 Tokyo (JP). 小林 巧

[続葉有]

(54) Title: METHOD AND DEVICE FOR CLEANING RAW MATERIAL GAS INTRODUCTION TUBE USED IN CVD FILM FORMING APPARATUS

(54) 発明の名称: CVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法及びその装置



(57) Abstract: A method for cleaning a tube for introducing a raw material gas used in a CVD film forming apparatus, characterized in that it comprises, after the formation of a CVD film on the inner surface of a plastic container, spraying a compressed air toward a stain attached to the outer surface of the tube during a process of drawing the pipe out of the inside of the plastic container, to thereby remove the stain, and, at the same time, discharging the stain removed from the tube by the compressed air to the outside of the film forming chamber system by a suction and discharge means, so as for the stain not to transfer to the side of the film forming chamber and the plastic container having the formed CVD film; and a device for practicing the method. The method prevents a stain containing a carbon powder as a main component from adhering strongly onto the outer surface of the tube and allows the removal of the stain in a short time and with ease.

(57) 要約: 本発明の目的は、原料ガス導入管外表面に炭素粉を主成分とする汚れの強固な付着を防止して、該汚れを短時間にしかも容易に除去することができる原料ガス導入管清掃方法及びその装置を提供することである。本発明は、プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成したのち原料ガス導入管をプラスチック容器内から抜き出す過程で、前記汚れに向けて圧縮エアを噴射するとともに圧縮エアの噴射によって除去された汚れが成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように吸引排出手段により汚れを成膜

チャンバーの系外に排出させることを特徴とする。

Best Available Copy

WO 03/104523 A1



(KOBAYASHI, Takumi) [JP/JP]; 〒270-0156 千葉県 流山市 大字西平井 9 5 6 番地の 1 株式会社ユーテック内 Chiba (JP). 川邊 文晴 (KAWABE, Takeharu) [JP/JP]; 〒270-0156 千葉県 流山市 大字西平井 9 5 6 番地の 1 株式会社ユーテック内 Chiba (JP).

(74) 代理人: 今下 勝博, 外 (IMASHITA, Katsuhiko et al.); 〒105-0021 東京都 港区 東新橋一丁目 3 番 9 号 楠本 第 6 ビル 8 階 アイル知財事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK,

SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法及びその装置

技術分野

- 5 本発明は、C V D (Chemical Vapor Deposition、化学気相成長) 法により、プラスチック容器の内表面にC V D 膜、特にD L C (ダイヤモンドライクカーボン) 膜やポリマーライクアモルファスカーボン膜等の炭素膜あるいはS i - C - H - O を含有するシリカ膜などを形成するためのC V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法およびその装置に関する。
- 10

背景技術

- ガスバリア性等の向上の目的でプラスチック容器の内表面にD L C 膜を蒸着するために、C V D 法、特にプラズマC V D 法を用いた蒸着装置が、例えば特開平8 - 5 3 1 1 7 号公報に開示されている。また、特開平1 0 - 2 5 8 8 2 5 号公報には、D L C 膜コーティングプラスチック容器の量産用製造装置及びその製造方法が開示されている。さらに、特開平1 0 - 2 2 6 8 8 4 号公報には、外面から外方に突出する突出物を有する容器に、ただらなくD L C 膜をコーティングすることができるD L C 膜コーティングプラスチック容器の製造装置及びその製造方法が開示されている。
- 15
- 20

- 特開平8 - 5 3 1 1 7 号公報では、D L C 膜コーティングプラスチック容器の製造装置の内部電極は導電材料で形成され、原料ガス導入のための配管を兼ねている。この内部電極は原料ガス供給口を末端に有するパイプ形状を採る。
- 25

発明の開示

ところで、特開平8 - 5 3 1 1 7 号公報の製造装置をはじめ、従来の製造装置では、プラスチック容器の内表面にD L C 膜を成膜す

ると、その製造装置を構成する部材の一つである原料ガス導入管（内部電極）の外表面及び内表面に炭素粉を主成分とする汚れ（以下単に「汚れ」という）が付着してしまう。このため、プラスチック容器、例えばPETボトル（ポリエチレンテレフタレート樹脂製容器）

- 5 の内表面にDLC膜の成膜を次々と繰り返してDLC膜コーティングボトルを多量に製造していくと、原料ガス導入管に汚れが堆積し徐々に厚くなる。そしてその汚れがある厚さ（例えば5 μ m程度の厚さ）になると原料ガス導入管から剥がれ落ちてしまう。この剥がれ落ちた汚れはPETボトルの内部に落ち、その結果、PETボ
10 トルの内部に落ちた汚れによってそのPETボトルの中に成膜されない部分が生じ、ガスバリア性を低下させ、不良品となってしまふ。

- 一方、汚れがPETボトルの内部に剥がれ落ちることを防止するには次の方法が考えられる。つまり、汚れが剥がれ落ちる前に製造装置を分解して原料ガス導入管を取り外し、汚れが付着している原料ガス導入管の外表面及び内表面を作業者がヤスリで削る等して掃
15 除する方法である。このように原料ガス導入管の外表面及び内表面を掃除すれば、PETボトル内部に汚れが剥がれ落ちることを防止することができるはずである。

- このような方法を用いれば、PETボトル内部に汚れが剥がれ落ち
20 ちることは防止できる。しかし汚れは、おおよそコーティング200～400回行なう毎に除去しなければDLC膜コーティングプラスチック容器の品質が低下する為、頻繁に原料ガス導入管を分解して清掃しなければならない。するとDLC膜成膜装置の稼働率は著しく低下してしまう。

- 25 また、原料ガス導入管（内部電極）に汚れが付着すると、プラズマ放電の不安定及び放電停止を招く。

したがって、装置の稼働率を低下させずに原料ガス導入管を清掃する清掃方法及びその装置が求められていた。

本発明の課題は、汚れが原料ガス導入管の内外表面に付着形成さ

れた場合に、圧縮エアーの噴射又は超音波エアーのブローによって原料ガス導入管に対して非接触の状態で汚れを除去すると共に該汚れがプラスチック容器や成膜チャンバーに移行しないように回収出来るようにすることである。非接触で汚れを除去するのは、例えば

- 5 原料ガス導入管の変形等の装置故障を防止し、汚れ付着による未成膜部分の生成を防止するためである。また圧縮エアーの噴射方向、超音波エアーのブロー方向、吸引排出部の位置、及びエアー量と吸引排出量との大小関係を最適とすることで、成膜チャンバーや成膜後のプラスチック容器への汚れの移行を最小限とすることを目的とする。

- 10 同時に、汚れを除去する最適のタイミング、すなわち汚れの回収作業を原料ガス導入管の引き出し作業中に完了させることで、C V D成膜装置の成膜に要する時間の短時間化をはかることを目的とする。ここで、成膜するごとに原料ガス導入管を毎回清掃することで
- 15 汚れの強固な付着を防止することを目的とする。汚れの堆積により付着が強固となるからである。

これにより、D L C膜成膜装置の分解・点検の間隔を延ばして、連続運転を可能としてC V D成膜装置の製造稼動効率を低下させないことを目的とする。

- 20 また本発明は、成膜チャンバーをサークル状に複数配設したターンテーブルを一回転させる間に製造サイクルを行なう量産機である、ロータリー型プラズマC V D成膜装置に使用する原料ガス導入管に対しても、同様に原料ガス導入管の外表面への汚れの強固な固着を防止して、該汚れを短時間にしかも容易に除去して、分解・点検の
- 25 間隔を延ばし、製造稼動効率を向上させることを目的とする。

本発明は、内部電極を兼ねた原料ガス導入管に使用する基体素材として表面を研磨したS U S 3 0 4とし、またはその表面処理である硬質金合金メッキの材質を9 9 . 7 A u - 0 . 3 C o、9 9 . 8 A u - 0 . 2 N i等の酸性硬質金メッキと限定することで、汚れと原料ガ

ス導入管表面との間で反応を起こさせず、汚れをさらに容易に払拭除去可能とすることを目的とする。

本発明の清掃方法及びその装置は、通常のCVD成膜装置或いはロータリー型CVD成膜装置にかかわらず、成膜チャンバーから原料ガス導入管を抜き出しする動作を行ない、この動作を利用して汚れを払拭する汚れ防止工程を提案することを目的とする。

5 本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法は、密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD（化学気相成長）膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃方法において、前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成したのち前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射するととともに該圧縮エアーの噴射によって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように吸引排出手段により前記汚れを前記成膜チャンバーの系外に排出させることを特徴とする。

20 本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に設けた圧縮エアーの噴射部から前記原料ガス導入管の求心方向に向け圧縮エアーを噴射することが好ましい。ここで、圧縮エアーの噴射は原料ガス導入管の外側周囲に（原料ガス導入管の軸心を中心として放射状に）所定間隔をおいて配置し、成膜チャンバー上部又は上方位置に設けた圧縮エアー噴射部から原料ガス導入管の求心方向に向け圧縮エアーをそれぞれ噴射しても良い。

さらに本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の

清掃方法では、前記噴射部の上方位置に設けた吸引排出部から前記吸引排出手段によって前記圧縮エアと前記汚れを吸引除去することが好ましい。

5 また、本発明に係る C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に圧縮エアの噴射部を設け、該噴射部の上方位置に吸引排出部を設け、該吸引排出部の上方位置に圧縮エアの第 2 噴射部を設け、前記噴射部は下から上に向けて圧縮エアを噴射し且つ前記第 2 噴射部は上から下に向けて圧縮エアを噴射すると共に、前記吸引排出部は前記
10 圧縮エアと前記汚れを吸引除去することが好ましい。すなわち、圧縮エアの噴射は原料ガス導入管の外側周囲の上下関係で対向するように配置し、成膜チャンバー上部又は上方位置に設けた圧縮エア噴射部の一方は上から下に向け、他方は下から上に向け圧縮エアを噴射する。

15 ここで本発明に係る C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記吸引排出手段による吸引排気量は、前記圧縮エアの空気供給量よりも多いことがより好ましい。したがってこの吸引排出手段は強力な吸引排出を行なう。

さらに本発明に係る C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の
20 清掃方法では、前記 C V D 膜の成膜はターンテーブル上にサークル状に設置した複数の前記成膜チャンバーでそれぞれ行ない、前記ターンテーブルが 1 回転する間に、前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で前記原料ガス導入管の外表面に付着形成された炭素粉を主成分とする汚れを圧縮エアの噴射により
25 除去し、その除去した汚れを前記成膜チャンバーの系外に吸引排出する工程を完了することが好ましい。

本発明に係る C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法は、密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で

内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するときに、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃方法において、

- 5 前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成したのち前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で、前記汚れに向けて超音波エアーをブローするとともに該超音波エアーのブローによって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように吸引排出手段により前記汚れを前記成膜チャンバーの系外に排出させることを特徴とする。

- 本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に設けた超音波エアーのブロー部から前記原料ガス導入管の求心方向に向け超音波エアーをブローすることが好ましい。ここで、超音波エアーのブローは、原料ガス導入管の外側周囲に（原料ガス導入管の軸心を中心として放射状に）所定間隔をおいて配置し、成膜チャンバー上部又は上方位置に設けた超音波エアーのブロー部から原料ガス導入管の求心方向に向け超音波エアーをそれぞれブローしても良い。

- 20 また本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記ブロー部の上方位置に設けた吸引排出部から前記吸引排出手段によって前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去することが好ましい。

- 25 さらに本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に超音波エアーのブロー部を設け、該ブロー部の上方位置に吸引排出部を設け、該吸引排出部の上方位置に超音波エアーの第2ブロー部を設け、前記ブローは下から上に向けて超音波エアーをブローし且つ前記第2ブロー部は上から下に向けて超音波エアーをブローすると共に、前

記吸引排出部は前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去することが好ましい。すなわち、超音波エアーのブローは、原料ガス導入管の外側周囲の上下関係で対向するように配置し、成膜チャンバー上部又は上方位置に設けた超音波エアーのブロー部の一方は上から下に
5 向け、他方は下から上に向け超音波エアーをブローする。

本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記吸引排出手段による吸引排気量は、前記超音波エアーの空気供給量よりも多いことがより好ましい。したがってこの吸引排出手段は強力な吸引排出を行なう。

10 さらに本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法では、前記CVD膜の成膜はターンテーブル上にサークル状に設置した複数の前記成膜チャンバーでそれぞれ行ない、前記ターンテーブルが1回転する間に、前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で前記原料ガス導入管の外表面に付
15 着形成された炭素粉を主成分とする汚れを超音波エアーのブローにより除去し、その除去した汚れを前記成膜チャンバーの系外に吸引排出する工程を完了することが好ましい。

本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置は、密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で
20 内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、
25 前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射する圧縮エアー噴射手段と、前記圧縮エアーの噴射によって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成し

たプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とする。

本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置では、前記圧縮エア一噴射手段により噴射される圧縮エア一の噴射部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置することが好ましい。すなわち、圧縮エア一の噴射手段は、原料ガス導入管の外側周囲に（原料ガス導入管の軸心を中心として放射状に）所定間隔をおいて配置した先細の圧縮エア一噴射部で形成されていても良い。

10 また本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置では、前記圧縮エア一と前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記噴射部の上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置することが好ましい。

15 さらに本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置では、前記圧縮エア一噴射手段により噴射される圧縮エア一の噴射部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置し、前記圧縮エア一と前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記噴射部の上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置し、前記圧縮エア一噴射手段により噴射される圧縮エア一の第2噴射部を前記吸引排出部の上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置し、前記噴射部の圧縮エア一噴射方向を上方に向け且つ前記第2噴射部の圧縮エア一の噴射方向を下方に向けることが好ましい。すなわち圧縮エア一の噴射は、原料ガス導入管の外側周囲の上下関係が交互に変わりながら対向するように配置した先細の圧縮エア一噴射部の一方は上から下に向け、他方は下から上に向けて形成される。

25 本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置は、密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で

内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するときに、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、

5 前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて超音波エアーをブローする超音波エアーブロー手段と、前記超音波エアーのブローによって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD

10 D膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とする。

本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置では、前記超音波エアーブロー手段によりブローされる超音波エアーのブロー部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に配置することが好ましい。ここで超音波エアーブロー手段は、原料ガス導入管の外側周囲に（原料ガス導入管の軸心を中心として放射状に）所定間隔をおいて配置し、成膜チャンバー上部又は上方位置に設けた超音波発振器で形成されていても良い。

20 本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置では、前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記ブロー部の上方位置に配置することが好ましい。

また本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置では、前記超音波エアーブロー手段によりブローされる超音波エアーのブロー部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に配置し、前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記ブロー部の上方位置に配置し、前記超音波エアーブロー手段によりブローされる超音波エアーの第2ブロー部を前記吸引排出部の上方位置に配置し、前記ブロー部の超音波エアーブロー方向を

25

上方に向け且つ前記第2ブロー部の超音波エアーのブロー方向を下方に向けることが好ましい。すなわち、超音波エアーブロー手段は、原料ガス導入管の外側周囲の上下関係が交互に変わりながら対向するように配置し、成膜チャンバー上部又は上方位置に設けた超音波
5 発振器からの超音波エアーブロー部の一方は上から下に向け、他方は下から上に向けて形成する。

次に述べるように原料ガス導入管が内部電極を兼ねない場合は、成膜チャンバー内でのプラズマ発生手段はマイクロ波発生装置で行なう。すなわち、本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス
10 導入管の清掃方法は、密封可能な成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在の原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをマイクロ波によりプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するとき、
15 前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃方法において、前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成したのち前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射又は超音波エアーをブローするととともに該圧縮エアーの噴射又は該超音波エアーのブローによって除去された前記
20 汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように吸引排出手段により前記汚れを前記成膜チャンバーの系外に排出させることを特徴とする。

本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置は、密封可能な成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該
25 プラスチック容器内に挿入した昇降自在の原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをマイクロ波によりプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、前記プラスチック容器の

内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射する圧縮エアー噴射手段と、前記圧縮エアーの噴射によって除去された前記汚れが
5 前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とする。

本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置は、密封可能な成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該
10 プラスチック容器内に挿入した昇降自在の原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをマイクロ波によりプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するときに、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、前記プラスチック容器の
15 内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて超音波エアーをブローする超音波エアーブロー手段と、前記超音波エアーのブローによって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とする。
20

本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置では、前記原料ガス導入管に使用する基体素材は、表面を研磨したSUS304若しくはSUS316とするか、あるいはその表面
25 処理である硬質金合金メッキの材質を99.7Au-0.3Co、99.8Au-0.2Ni等の酸性硬質金メッキとしたものであることが好ましい。

本発明では、原料ガス導入管の外表面に付着形成された炭素粉を主成分とする汚れに対して非接触状態で圧縮エアーを噴射させるか

或いは超音波エアーをブローさせることにより前記汚れが迅速、かつ容易に除去できる。非接触で汚れを除去するため原料ガス導入管を変形させる心配もない。その上、圧縮エアーの圧力で管壁に適度な振動が加わり、前記汚れが効果的に除去できる。そして、この除去した汚れは吸引排出手段により外部に排出することとしているので、成膜チャンバー及びプラスチック容器側に前記原料ガス導入管表面から剥離した汚れが移行することがない。特に圧縮エアーを下方から上方に噴射し、その上方位置で空気と共に汚れを吸引排出するので成膜チャンバー及びプラスチック容器側に移行する汚れを最小限とすることが出来る。上方から下方に圧縮エアーを噴射すると、下部に位置する成膜チャンバーやプラスチック容器側に汚れが移行し易い。

同時に、汚れの回収作業を原料ガス導入管の引き出し作業中に完了させることで、CVD成膜装置の成膜に要する時間の短時間化をはかることができる。その上、成膜するごとに原料ガス導入管を毎回清掃することで汚れの強固な付着を防止することができる。

これにより、DLC膜成膜装置の分解・点検の間隔を延ばして、連続運転を可能としてCVD成膜装置の製造稼動効率を低下させない。

また本発明は、ロータリー型プラズマCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管に対しても同様に、ターンテーブルが一回転する間に前記汚れを簡単に除去することが出来、成膜作業の連続稼動が可能である。さらに汚れを短時間にしかも容易に除去して、分解・点検の間隔を延ばし、製造稼動効率を向上させることができる。

本発明は、内部電極を兼ねた原料ガス導入管に使用する基体素材として表面を研磨したSUS304とし、またはその表面処理である硬質金合金メッキの材質を99.7Au-0.3Co、99.8Au-0.2Ni等の酸性硬質金メッキと限定することで、汚れと原料ガス導入管表面との間で反応を起こさせず、汚れをさらに容易に払拭

除去可能とすることができる。

図面の簡単な説明

- 図 1 は、本発明に係る C V D 成膜装置の成膜チャンバーと原料ガス
5 導入管の清掃装置の一形態を示す模式図である。
- 図 2 は、本発明に係る C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の
清掃装置の一形態を示す模式図で、(a) は供給系と排出系の関係を示す縦断面図、(b) は圧縮エアー供給側の横断面図、(c) は炭素粉等の排出側の横断面図である。
- 10 図 3 は、本発明の一実施例を示すチャンバー内圧縮エアーブロー方式による 5 0 0 バッチ終了後の内部電極写真を示す。
- 図 4 は、5 0 0 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真 (5 0 倍) A 部を示す。
- 図 5 は、5 0 0 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真 (5 0 倍) B
15 部を示す。
- 図 6 は、5 0 0 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真 (5 0 倍) C 部を示す。
- 図 7 は、5 0 0 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真 (5 0 倍) D 部を示す。
- 20 図 8 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極写真を示す。
- 図 9 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真 (5 0 倍) A 部を示す。
- 図 1 0 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真 (5 0 倍) B 部を示す。
- 25 図 1 1 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真 (5 0 倍) C 部を示す。
- 図 1 2 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真 (5 0 倍) D 部を示す。
- 図 1 3 は、4 5 0 0 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 1 4 は、4 5 0 0 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（5 0 倍）A 部を示す。

図 1 5 は、4 5 0 0 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（5 0 倍）B 部を示す。

- 5 図 1 6 は、4 5 0 0 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（5 0 倍）C 部を示す。

図 1 7 は、7 0 0 0 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 1 8 は、7 0 0 0 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（5 0 倍）A 部を示す。

- 10 図 1 9 は、7 0 0 0 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（5 0 倍）B 部を示す。

図 2 0 は、7 0 0 0 バッチ終了後の内部電極のボトル口元部拡大写真（5 0 倍）C 部を示す。

- 15 図 2 1 は、7 0 0 0 バッチ終了後の内部電極の排気マニホールド部拡大写真（5 0 倍）D 部を示す。

図 2 2 は、本発明に係る C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置の他形態であるチャンバー外超音波エアブロー方式を示す模式図を示し、（a）～（e）に動作状態を示す。

- 20 図 2 3 は、本発明の他の実施例を示すチャンバー外超音波エアブロー方式による 5 0 0 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 2 4 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 2 5 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（5 0 倍）A 部を示す。

- 25 図 2 6 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（5 0 倍）B 部を示す。

図 2 7 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（5 0 倍）C 部を示す。

図 2 8 は、2 0 0 0 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（5 0 倍）D 部を示す。

図 29 は、4500 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 30 は、4500 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50 倍）A 部を示す。

図 31 は、4500 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50 倍）B 部を示す。

図 32 は、4500 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50 倍）C 部を示す。

図 33 は、4500 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50 倍）D 部を示す。

10 図 34 は、7000 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 35 は、7000 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50 倍）A 部を示す。

図 36 は、7000 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50 倍）B 部を示す。

15 図 37 は、7000 バッチ終了後の内部電極のボトル口元部拡大写真（50 倍）C 部を示す。

図 38 は、7000 バッチ終了後の内部電極の排気マニホールド部拡大写真（50 倍）D 部を示す。

図 39 は、測定ポイント A, B, C, D の位置関係を示す図である。

20 図 40 は、比較例を示す 500 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 41 は、比較例を示す 500 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50 倍）A 部を示す。

図 42 は、比較例を示す 500 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50 倍）B 部を示す。

25 図 43 は、比較例を示す 500 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50 倍）C 部を示す。

図 44 は、比較例を示す 500 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50 倍）D 部を示す。

図 45 は、比較例を示す 600 バッチ終了後の内部電極写真を示す。

図 4 6 は、比較例を示す 6 0 0 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（5 0 倍）A 部を示す。

図 4 7 は、比較例を示す 6 0 0 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（5 0 倍）B 部を示す。

5 図 4 8 は、比較例を示す 6 0 0 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（5 0 倍）C 部を示す。

図 4 9 は、比較例を示す 6 0 0 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（5 0 倍）D 部を示す。

10 図 5 0 は、本発明に係る C V D 成膜装置の成膜チャンバーと原料ガス導入管の清掃装置の第 2 形態を示す模式図である。

図 5 1 は、圧縮エアー噴射手段の代わりに超音波エアーブロー手段を設けた時の成膜チャンバー上部の部分概念図である。

図中の符号は次の通りである。1 は成膜チャンバー、2 は原料ガス導入管（内部電極）、3 は圧縮エアー噴射手段、4 は吸引排出手段、
15 5 は原料ガス発生源、6 は外部電極、7 は超音波エアーブロー手段、8 はプラスチック容器、9 は蓋、9 a は下部蓋、9 b は上部蓋、10 は絶縁体、11 は圧縮エアーの噴射部、11 a は第 1 噴射部、11 b は第 2 噴射部、12 は吸引排出部、13 は O リング、14 は超音波エアーブロー手段用の空気供給手段、である。

20

発明を実施するための最良の形態

以下、実施例について図面に基づいて説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。また、各図面において部材が共通する場合には、同一の符号を附した。本実施例では、内部電
25 極を兼ねた原料ガス導入管を例に採り説明しているが、内部電極を兼ねない原料ガス導入管についても本発明が適用されることは勿論である。また内部電極と原料ガス導入管とを兼用しない場合における内部電極について、原料ガス導入管の場合と同様に本清掃方法を適用できる。

先ず、本発明が適用されるCVD成膜装置について概説する。図1は、本発明に係るCVD成膜装置の成膜チャンバーと原料ガス導入管の清掃装置の一形態を示す模式図である。本発明に係るCVD成膜装置は、成膜チャンバー1と、成膜チャンバー1に収容するプラスチック容器8の内部にプラズマ化させる原料ガスを導入する内部電極を兼ねた原料ガス導入管2と、成膜チャンバー1の外部電極6に高周波を供給する高周波供給手段（図示せず）と、内部電極（原料ガス導入管）2の外表面に付着した炭素粉を主成分とする汚れを除去する圧縮エアースプレー噴射手段3と、原料ガス導入管2の表面から除去された汚れが成膜チャンバー1及びCVD膜を形成したプラスチック容器8側に移行しないように汚れを吸引除去するための強力な吸引排出手段4を備えたプラズマCVD成膜装置である。このCVD成膜装置は外部電極6に高周波を供給してプラスチック容器8内で原料ガスをプラズマ化させて、プラスチック容器8の内表面にCVD膜を成膜する装置である。このCVD成膜装置は、1個の成膜チャンバー或いは複数の成膜チャンバーを配置しても良い。複数の成膜チャンバーを配置する場合、全ての成膜チャンバーにて同時に成膜を行なうバッチ方式型CVD成膜装置としても良いし、ターンテーブル上に複数の成膜チャンバーを設置してなるロータリー式の連続方式型CVD成膜装置としても良い。

成膜チャンバー1は、プラスチック容器8を収容する外部電極6と、プラスチック容器8の内部に昇降自在に配置される接地した内部電極を兼ねた原料ガス導入管2並びに開閉自在な蓋9とから構成され、密封可能な真空室を形成する。

蓋9は導電部材で形成されている。ここで蓋9は成膜チャンバー1の上部に配置される下部蓋9aと下部蓋9aの上部に配置される上部蓋9bとからなる。上部蓋9bは、内部電極を兼ねた原料ガス導入管2を支持すると共に昇降可能としている。これにより上部蓋9bの昇降によって原料ガス導入管2が一体となって昇降する。蓋

9の下面に絶縁体10を設け、内部電極を兼ねた原料ガス導入管2がプラスチック容器8内に挿入された時に内部電極2と外部電極6とは絶縁体10で絶縁されている。

原料ガス導入管抜き出し手段（不図示）は、プラスチック容器8
5 の内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて原料ガス導入管2をプラスチック容器内から抜き出すものであり、例えば上部蓋9bと接続され、上部蓋9bを昇降させる機構である。

下部蓋9aと上部蓋9bとは、その間に配置されたOリング13によって外部から密閉されている。

10 蓋9には、外部電極6内の収容空間につながる開口部が設けられている。この開口部に原料ガス導入管2が挿入される。また、蓋9の開口部の内面には圧縮エアー噴射手段3から供給されたエアーを原料ガス導入管2に向けて噴射するための圧縮エアーの噴射部11が設けられている。噴射部11を先細形状として強力な圧縮エアー
15 を生成させることが好ましい。また、噴射された圧縮エアーと除去された汚れを一緒に吸引除去するための吸引排出部12が蓋9の開口部の内面に設けられている。吸引排出部12は吸引排出手段4につながっている。吸引排出手段4の作動により吸引排出部12を吸入口として空気を吸気する。ここで、図1のように噴射部11から
20 上方に向けて圧縮エアーを噴射し、噴射部11の上方に設けた吸引排出部12から空気を吸気することが好ましい。圧縮エアーの風向きを上向きとすることで成膜チャンバーやプラスチック容器への汚れの移行を防止できる。

ここで図2に本発明に係るCVD成膜装置に使用する原料ガス導
25 入管の清掃装置の一形態を示す模式図を示した。まず、(a)図を参照する。原料ガス導入管（内部電極）が上昇する際に、圧縮エアーが蓋9内を通過して原料ガス導入管に向けて噴射される。圧縮エアーの噴射は(b)図に示したごとく、原料ガス導入管の軸心を中心として求心方向に行なわれる。これにより原料ガス導入管の外表面

に付着した汚れはムラなく除去することが出来る。除去された汚れと圧縮エアーによる空気は、(a)図に示すように噴射部よりも上方で吸引排出される。これは汚れが口部に落下して容器内部に混入することを防止するためである。排出は(c)図に示すように原料ガス導入管の軸心を中心として360°方向で行なわれる。

蓋に設けた噴射部と吸引排出部について次に示す第2形態としても良い。図50に本発明に係るCVD成膜装置の成膜チャンバーと原料ガス導入管の清掃装置の第2形態を示す模式図を示した。第2形態の装置では、圧縮エアー噴射手段3により噴射される圧縮エアーの噴射部11aを成膜チャンバー1の上部又は上方位置で原料ガス導入管2の外側周囲に配置している。さらに圧縮エアーと汚れを吸引除去するための吸引排出部12を噴射部11aの上方位置で原料ガス導入管2の外側周囲に配置している。さらに圧縮エアー噴射手段3により噴射される圧縮エアーの第2噴射部11bを吸引排出部12の上方位置で原料ガス導入管2の外側周囲に配置している。ここで、噴射部11aの圧縮エアー噴射方向を上方に向け且つ第2噴射部11bの圧縮エアーの噴射方向を下方に向け、その間に配置した吸引排出部12から空気を吸引除去することで、圧縮エアー及び汚れを飛散させずに除去することが出来る。

また、第1形態及び第2形態において、吸引排出手段4による吸引排気量は、圧縮エアーの空気供給量よりも多くすることによって、さらに圧縮エアー及び汚れを飛散させずに除去することが出来る。ここで吸引排気量は、圧縮エアーの空気供給量よりも1.5倍以上であることが好ましい。

外部電極6の内部には空間が形成されており、この空間はコーティング対象のプラスチック容器8、例えばポリエチレンテレフタレート樹脂製の容器であるPETボトルを収容するための収容空間である。外部電極6内の収容空間は、そこに収容されるプラスチック容器8を収容できるように形成される。すなわち収容空間は、プラ

スチック容器 8 の外形よりも僅かに大きくなるように形成されることが好ましい。すなわち、容器の収容空間の内壁面はプラスチック容器 8 の外側近傍を囲む形状、特に相似形状とすることが好ましい。ただし、プラスチック容器 8 の内表面にバイアス電圧がかかる場合
5 には、外部電極の収容空間の内壁面をプラスチック容器 8 の外側近傍を囲む形状とする必要はなく、隙間があっても良い。

外部電極 6 内の収容空間は、絶縁体 10 と蓋 9 との間に配置された O リング（図示せず）によって外部から密閉されている。

内部電極を兼ねた原料ガス導入管 2 は、外部電極 6 内に配置され、
10 且つプラスチック容器 8 の内部に配置される。内部電極を兼ねた原料ガス導入管 2 は、上部蓋 9 b に支持されて上部蓋 9 b と共に昇降自在に可動する。内部電極を兼ねた原料ガス導入管 2 の先端は、外部電極 6 内の空間であって外部電極 6 内に収容されたプラスチック容器 8 の内部に配置される。原料ガス導入管 2 の先端にはガス吹き
15 出し口が設けられている。さらに内部電極を兼ねた原料ガス導入管 2 は接地される。

内部電極を兼ねた原料ガス導入管 2 は、硬質金合金メッキを施した導電性管状基体で形成することが好ましい。このとき導電性管状基体は、表面を研磨した SUS 304 で形成することが好ましい。
20 SUS 304 とするのは、耐食性及び高強度の理由による。研磨は機械加工による研磨とし、バフ # 600 の鏡面に仕上がることが好ましい。また SUS 316 で形成するようにしても良い。

硬質金合金メッキとするのは、汚れとの反応を抑えるためである。メッキ厚みは $2 \sim 10 \mu\text{m}$ とすることが好ましく、さらに硬質金合金メッキ種類は $99.7 \text{ Au} - 0.3 \text{ Co}$ 、 $99.8 \text{ Au} - 0.2 \text{ Ni}$ 等の酸性硬質金メッキであることが好ましい。純金メッキは耐食性が最良であるが、耐摩耗性、硬さなどの機械的強度が弱い。酸性硬質金メッキ（ $99.7 \text{ Au} - 0.3 \text{ Co}$ 、 $99.8 \text{ Au} - 0.2 \text{ Ni}$ ）は、耐食性、耐摩耗性、硬さなどの機械的強度も改良されているため内
25

部電極のメッキ材としてはよい。その他の金合金（25 Ag、20 Cu）の硬さは酸性硬質金メッキより硬いが、耐摩耗性及び耐食性で劣る。金メッキ方法はSUS304の機械加工による研磨（バフ # 600 の鏡面に仕上げ）したものに、ニッケルの無電解メッキをしてその上に金メッキを行なう方法とする。

内部電極を兼ねた原料ガス導入管2の内口径は、内部電極の管内部でのプラズマ発生を防止するため1.5 mm以下、より好ましくは1.0 mm以下とすることが好ましい。内口径を1.5 mm以下とすることにより、内部電極の管内部における汚れの発生を抑制できる。また、内部電極の肉厚は、機械的強度確保のため1 mm以上とすることが好ましい。

内部電極を兼ねた原料ガス導入管2を上述のように形成することで汚れの固着を防止し、プラズマ放電を安定化させることができる。

プラスチック容器は、蓋若しくは栓若しくはシールして使用する容器、またはそれらを使用せず開口状態で使用する容器を含む。開口部の大きさは内容物に応じて決める。プラスチック容器は、剛性を適度に有する所定の肉厚を有するプラスチック容器と剛性を有さないシート材により形成されたプラスチック容器を含む。本発明に係るプラスチック容器の充填物は、炭酸飲料若しくは果汁飲料若しくは清涼飲料等の飲料、並びに医薬品、農薬品、又は吸湿を嫌う乾燥食品等を挙げることができる。

プラスチック容器を成形する際に使用する樹脂は、ポリエチレンテレフタレート樹脂（PET）、ポリエチレンテレフタレート系コポリエステル樹脂（ポリエステルアルコール成分にエチレングリコールの代わりに、シクロヘキサندیメタノールを使用したコポリマーをPETGと呼んでいる、イーストマン製）、ポリブチレンテレフタレート樹脂、ポリエチレンナフタレート樹脂、ポリエチレン樹脂、ポリプロピレン樹脂（PP）、シクロオレフィンコポリマー樹脂（COC、環状オレフィン共重合）、アイオノマ樹脂、ポリ-4-メ

チルペンテンー１樹脂、ポリメタクリル酸メチル樹脂、ポリスチレン樹脂、エチレンービニルアルコール共重合樹脂、アクリロニトリル樹脂、ポリ塩化ビニル樹脂、ポリ塩化ビニリデン樹脂、ポリアミド樹脂、ポリアミドイミド樹脂、ポリアセタール樹脂、ポリカーボネート樹脂、ポリスルホン樹脂、又は、４弗化エチレン樹脂、アクリロニトリルースチレン樹脂、アクリロニトリループタジエーンースチレン樹脂、を例示することができる。この中で、PETが特に好ましい。

原料ガス導入管２は、プラスチック容器の内部に原料ガス発生源
5 ５から供給される原料ガスを導入する。この原料ガス発生源はアセチレンなどの炭化水素ガス等を発生させるものである。

原料ガス導入管２は、成膜チャンバー１に原料ガスを供給する。
成膜チャンバーを複数設ける場合、成膜チャンバーごとに原料ガス
発生源５を設置しても良いが、一つの原料ガス発生源から分岐させ
15 て全ての成膜チャンバーに原料ガスを導入しても良い。この場合、
原料ガス発生源５とマスフローコントローラー（不図示）との間に、
成膜チャンバーの数に応じた分岐配管を設ける。ここで、マスフロー
コントローラーは成膜チャンバーの数と同数設置する。いずれに
しても、各成膜チャンバーに所定量の原料ガスを供給することがで
20 きればよい。

原料ガスとしては、例えば、DLC膜を成膜する場合、常温で気
体又は液体の脂肪族炭化水素類、芳香族炭化水素類、含酸素炭化水
素類、含窒素炭化水素類などが使用される。特に炭素数が６以上の
ベンゼン、トルエン、o-キシレン、m-キシレン、p-キシレン、シ
25 クロヘキサン等が望ましい。食品等の容器に使用する場合には、衛
生上の観点から脂肪族炭化水素類、特にエチレン、プロピレン又は
ブチレン等のエチレン系炭化水素、又は、アセチレン、アリレン又
は１-ブチン等のアセチレン系炭化水素が好ましい。これらの原料
は、単独で用いても良いが、２種以上の混合ガスとして使用するよ

うにしても良い。さらにこれらのガスをアルゴンやヘリウムの様な希ガスで希釈して用いる様にしても良い。また、ケイ素含有DLC膜を成膜する場合には、Si含有炭化水素系ガスを使用する。

5 プラスチック容器の内表面に形成されるDLC膜とは、iカーボン膜又は水素化アモルファスカーボン膜(a-C:H)と呼ばれる膜のことであり、硬質炭素膜も含まれる。またDLC膜はアモルファス状の炭素膜であり、SP³結合も有する。このDLC膜を成膜する原料ガスとしては炭化水素系ガス、例えばアセチレンガスを用い、Si含有DLC膜を成膜する原料ガスとしてはSi含有炭化水素系ガスを用いる。このようなDLC膜をプラスチック容器の内表面に形成することにより、炭酸飲料や発泡飲料等の容器としてワンウェイ、リターナブルに使用可能な容器を得る。

15 成膜チャンバー1内の収容空間は配管(不図示)及び真空バルブを介して真空ポンプ(不図示)に接続されている。この真空ポンプは排気ダクト(不図示)に接続されている。複数の成膜チャンバーがある場合は、一つの真空ポンプに排気系統を集約して排気を行なっても良く、或いは複数の真空ポンプで分担して排気を行なっても良い。

20 高周波供給手段は、外部電極に具設した固定整合器(不図示)と、固定整合器に接続した高周波電源(不図示)とからなる。高周波電源は、プラスチック容器内で原料ガスをプラズマ化するためのエネルギーである高周波を発生させるものである。マッチングを素早く行ない、プラズマ着火に要する時間を短縮させるために、トランジスタ型高周波電源であり、且つ周波数可動式か或いは電子式でマッチングを行なう高周波電源であることが好ましい。高周波電源の周波数は、100kHz～1000MHzであるが、例えば、工業用周波数である13.56MHzのものを使用する。

25

また外部電極6に高周波電力を供給する替わりに、容器内部に向けてマイクロ波を供給して原料ガスをプラズマ化しても良い。この

場合は、原料ガス導入管は内部電極と兼用としないが、同様に汚れが付着形成されるので、本実施形態に係る清掃方法と装置により同様に汚れを除去することが出来る。

上記の実施形態においては、主として圧縮エアーを噴射して汚れを除去する実施形態を示したが、図 5 1 に示すように、圧縮エアーの代わりに超音波エアーを原料導入管に付着した汚れに向けてブローしても良い。図 5 1 は、圧縮エアー噴射手段の代わりに超音波エアーブロー手段を設けた時の成膜チャンバー上部の部分概念図である。超音波エアーブロー手段用の空気供給手段 1 4 から超音波エアーブロー手段 7 に空気が供給され、超音波エアーブロー手段 7 に具備した超音波発信器により空気に超音波による振動が与えられて、ブロー部(不図示)から超音波エアーが汚れに向けてブローされる。これにより、圧縮エアーを噴射した場合と同様に汚れを除去することが出来る。汚れは超音波エアーブロー手段 7 に備え付けた吸引排出部(不図示)につながる吸引排出手段 4 により吸引除去される。吸引排出部は超音波エアーのブロー部よりも上方に設けることが好ましく、より好ましくは超音波エアーのブロー部よりも上方で原料ガス導入管の外側周囲に設ける。圧縮エアーの噴射の場合と同様に、原料ガス導入管の下から上への軸方向について、ブロー部、吸引排出部、第 2 ブロー部の順に配置することがより好ましい。より好ましくは、ブロー部、吸引排出部、第 2 ブロー部はそれぞれ原料ガス導入管の外側周囲に設ける。また、図 5 1 では、超音波エアーのブローは一方向からのブローの形態を示したが、原料ガス導入管の軸について求心方向からブローすることがより好ましい。

25

◎内部電極を兼ねた原料ガス導入管のクリーニング評価実験その 1
[チャンバー内エアーブロー方式]

次に、プラスチック容器の内表面に C V D 膜を形成後、原料ガス導入管をプラスチック容器内から抜き出す過程で、原料ガス導入管

の外表面に付着形成された炭素粉を主成分とする汚れに向けて圧縮エアーを噴射するとともに該圧縮エアーの噴射によって原料ガス導入管外表面から除去された汚れが成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように強力な吸引排出手段により前記汚れを成膜チャンバー系外に排出させる機構について具体的に述べる。図1に示した装置を用いて、下記の条件にてクリーニング評価を行なった。

① 成膜プロセス条件

a) 真空系

- 10 到達圧力は6.65 Pa、成膜圧力は26.6 Paとした。ここで圧力は排気マニホールドでの真空度である。

b) ガス供給系

- 15 ガス種は C_2H_2 （アセチレン）とし、ガス流量は50 sccmとした。成膜圧力到達後、成膜開始までのガス安定化時間を1.0秒とした。

c) RF（高周波）供給系

RF出力は400 W、周波数は13.56 MHz、放電時間は3.0秒とした。

② クリーニング条件

- 20 a) 圧縮エアー噴射系（エアー供給系）

エアー供給圧力は0.3 MPa、エアー供給流量は170 l /分とした。

b) 吸引排出系（ダスト排出系）

排気流量を180 l /分とした。

- 25 c) 内部電極を兼ねた原料ガス導入管の昇降条件

シリンダ昇降スピードを上昇時約1.1秒、降下時約0.5秒とした。昇降のストローク長は295 mmとした。

③ ワーク（内部電極仕様）

- a) BA管サイズは直径6.35 mmとした。

b) 内部電極の表面処理はAu合金メッキとした。

④ 測定項目

5 a) 内部電極の光学顕微鏡観察(内部電極拡大写真(50倍))を行った。観察箇所は4ヶ所(底部、胴部、ボトル口元部、排気マニホールド部)とした。観察回数は5回(初期状態-1日目(501回)-2日目(2000回)-3日目(4500回)-4日目(7000回))とした。

10 b) 内部電極の表面抵抗値を測定した。測定箇所は4ヶ所(底部、胴部、ボトル口元部、排気マニホールド部)とした。測定回数は5回(初期状態-1日目(501回)-2日目(2000回)-3日目(4500回)-4日目(7000回))とした。ここで、測定ポイント円周上にて膜の有無が有る為、参考寸法とする。

a), b)における測定ポイントA、B、C、Dは次の通りとする。A部は底部(内部電極先端から10mm上部)。ここで内部電極先端は、底電極から25mm上部とした。B部は胴部(Aから60mm上部)とした。C部は口元部(Bから100mm上部)とした。D部は排気マニホールド部(Cから60mm上部)とした。図39に測定ポイントの位置関係を示した。

c) 反射波の測定

20 高周波出力は400W、成膜時間は3.0秒で行ない、測定バッチは1, 100, ……………, 7000バッチとした。

d) ボトルサンプリング

25 バリア性測定用サンプリングは、1, 500, ……………, 7000バッチとした。膜厚目視用サンプリングは1, 100, ……………, 7000バッチとした。

⑤ 実験結果

a) 内部電極の光学顕微鏡観察

500バッチ終了後については次の通りである。図3は500バッチ終了後の内部電極写真、図4は500バッチ終了後の内部電極

底部拡大写真（50倍）A部、図5は500バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、図6は500バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50倍）C部、図7は500バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50倍）D部をそれぞれ示す。

2000バッチ終了後については次の通りである。図8は内部電極写真、図9は2000バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50倍）A部、図10は2000バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、図11は2000バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50倍）C部、図12は2000バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50倍）D部をそれぞれ示す。

4500バッチ終了後については次の通りである。図13は4500バッチ終了後の内部電極写真、図14は4500バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50倍）A部、図15は内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、図16は4500バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50倍）C部をそれぞれ示す。ここで、内部電極排気マニホールド部拡大写真（50倍）D部は画像データ破損の為、図面の添付はない。

7000バッチ終了後については次の通りである。図17は7000バッチ終了後の内部電極写真、図18は7000バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50倍）A部、図19は7000バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、図20は7000バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50倍）C部、図21は7000バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50倍）D部をそれぞれ示す。

b) 内部電極表面抵抗値測定

表1に表面抵抗値を示した。

c) 反射波の測定

表 2 に反射波の測定値を示す。反射波が小さいほどプラズマが安定的に発生していることを示す。

【表 1】 表面抵抗値

測定日(バッチ)	底部 (Ω)	胴部 (Ω)	口元部 (Ω)	排気マニホールド (Ω)
1日目(1バッチ)	0~0.2	0~0.2	0~0.2	0~0.2
2日目(501バッチ)	0~0.2	0~0.5	4.5M	∞
3日目(4500バッチ)	0~0.2	0~0.1	∞	∞
4日目(7000バッチ)	0~0.4	0.5~1.2	∞	∞

【表 2】 反射波

バッチ数	反射波 (w)	バッチ数	反射波 (w)	バッチ数	反射波 (w)	バッチ数	反射波 (w)
1	4	2200	5	4400	5	6600	5
100	5	2300	5	4500	5	6700	5
200	5	2400	5	4600	4	6800	5
300	5	2500	5	4700	5	6900	4
400	5	2600	4	4800	4	7000	4
500	5	2700	5	4900	5		
600	4	2800	5	5000	5		
700	5	2900	5	5100	5		
800	4	3000	5	5200	6		
900	4	3100	5	5300	6		
1000	4	3200	5	5400	6		
1100	5	3300	5	5500	7		
1200	4	3400	5	5600	5		
1300	5	3500	5	5700	6		
1400	5	3600	5	5800	5		
1500	5	3700	5	5900	5		
1600	5	3800	4	6000	4		
1700	5	3900	4	6100	5		
1800	5	4000	5	6200	7		
1900	5	4100	4	6300	4		
2000	5	4200	5	6400	5		
2100	5	4300	5	6500	4		

d) ボトルサンプリング

膜厚目視用サンプリング（1, 100, ……………, 7000 バッチ）について、目視観察したところ、膜厚のバラツキは感じられなかった。バリア性測定用サンプリング（1 バッチと 7000 バッチ）についてバリア性を測定したところ、差異はなかった。

⑥ まとめ

a) 内部電極表面状態（拡大写真参照）

500 バッチ目以降、膜の付着状態は 7000 バッチ終了まで大きな変化は見られなかった。排気マニホールド部、口元部に膜（汚れ）が集中して付着していた。底部、胴部では膜（汚れ）の密度は薄い。排気マニホールド部の膜（汚れ）の密着度は弱く、はがれやすい。

b) 内部電極表面抵抗値

排気マニホールド部、口元部では放電回数が少ないうちから表面が絶縁化されている。底部、胴部では初期状態から 7000 バッチ終了まで大きな変化は見られなかった。

c) 反射波、マッチングポイント

反射波は初期から 7000 バッチ終了まで 4～7 W に安定していた。マッチングポイントにおいても初期から 7000 バッチまで安定していた。放電状態も全体を通して安定していた（覗き窓から目視で確認による）。

a)、b)、c) の結果から、7000 バッチ目までは常に安定放電及び安定成膜が出来た。

次に、本発明の他の実施例である内部電極クリーニング評価実験について説明する。

◎内部電極を兼ねた原料ガス導入管のクリーニング評価実験その2
[チャンバー外超音波エアブロー方式]

図 5 1 及び図 2 2 に示した装置を用いて実験を行なった。図 2 2

(a) ~ (e) に示すように成膜終了時 (a 参照) からクリーニングの開始が行なわれる (b 参照)。超音波ユニット (超音波エアースロー手段) が前進して、内部電極に付着形成された汚れに対して超音波エアーをブローする。内部電極が上昇し超音波エアースローにより内部電極の先端 (最下部位位置) まで清掃する (c 参照)。この清掃は内部電極が上昇する間に行なわれる。内部電極が最上段位置から降下時に超音波ユニットは内部電極から後退する (d 参照)。最後に内部電極が降下してプラスチック容器内に収容され、成膜チャンバーは密封状態となる (e 参照)。

10 ① 成膜プロセス条件

a) 真空系

チャンバー内エアースロー方式と同様とした。

b) ガス供給系

チャンバー内エアースロー方式と同様とした。

15 c) R F (高周波) 供給系

チャンバー内エアースロー方式と同様とした。

② クリーニング条件

a) 超音波エアースロー系 (エアー供給系)

エアー供給圧力は 0.3 MPa、エアー供給流量は 160ℓ / 分とした。

20

b) 吸引排出系 (ダスト排出系)

排気流量を 180ℓ / 分とした。

c) 超音波の周波数 :

周波数 : 20 kHz ~ 4 MHz。本例では 100 kHz で行なった。

25 d) 内部電極を兼ねた原料ガス導入管の昇降条件

シリンダ昇降スピードを上昇時約 0.7 秒、降下時約 0.9 秒とした。昇降のストローク長は 295 mm とした。

③ ワーク (内部電極仕様)

チャンバー内エアースロー方式と同様とした。

④ 測定項目

a) 内部電極の光学顕微鏡観察は、チャンバー内エアブロー方式と同様とした。

5 b) 内部電極の表面抵抗値を測定した。ここでチャンバー内エアブロー方式と同様とした。

c) 反射波の測定

高周波出力は400W、成膜時間は3.0秒で行ない、測定バッチは1, 100, ……………, 7000バッチとした。

d) ボトルサンプリング

10 チャンバー内エアブロー方式と同様とした。

⑤ 実験結果

a) 内部電極の光学顕微鏡観察

500バッチ終了後については次の通りである。図23は500バッチ終了後の内部電極写真を示す。なお、A、B、C及びD各部
15 の拡大写真は添付せず。

2000バッチ終了後については次の通りである。図24は2000バッチ終了後の内部電極写真、図25は2000バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50倍）A部、図26は2000バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、図27は内部電極
20 ボトル口元部拡大写真（50倍）C部、図28は2000バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50倍）D部をそれぞれ示す。

4500バッチ終了後については次の通りである。図29は4500バッチ終了後の内部電極写真、図30は4500バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50倍）A部、図31は4500バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、図32は4500バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50倍）C部、図
25 33は4500バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50倍）D部をそれぞれ示す。

7000 バッチ終了後については次の通りである。図34は7000 バッチ終了後の内部電極写真、図35は7000 バッチ終了後の内部電極底部拡大写真(50倍) A部、図36は7000 バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真(50倍) B部、図37は7000 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真(50倍) C部、図38は7000 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真(50倍) D部をそれぞれ示す。

b) 内部電極表面抵抗値測定

表3に表面抵抗値を示した。

10 c) 反射波

表4に反射波の測定値を示す。

d) ボトルサンプリング

膜厚目視用サンプリング(1, 100, ……………, 7000 バッチ)について、目視観察したところ、膜厚のバラツキは感じられなかった。バリア性測定用サンプリング(1バッチと7000 バッチ)についてバリア性を測定したところ、差異はなかった。

【表3】表面抵抗値

測定日(バッチ)	底部(Ω)	胴部(Ω)	口元部(Ω)	排気マニホールド(Ω)
1日目(1バッチ)	—	—	—	—
2日目(501バッチ)	0.1	10~15	2.3~2.5	∞
3日目(4500バッチ)	0.3~0.4	8.1~9.0	66k	∞
4日目(7000バッチ)	1.4	7.8	4.0M	∞

【表 4】 反射波

バッチ数	反射波 (W)		反射波 (W)	バッチ数	反射波 (W)	バッチ数	反射波 (W)
1	5	2200	5	4400	5	6600	4
100	5	2300	5	4500	5	6700	5
200	5	2400	5	4600	5	6800	5
300	5	2500	5	4700	6	6900	5
400	5	2600	4	4800	5	7000	5
500	4	2700	5	4900	5		
600	4	2800	5	5000	6		
700	4	2900	5	5100	6		
800	4	3000	5	5200	5		
900	5	3100	5	5300	5		
1000	4	3200	5	5400	5		
1100	5	3300	5	5500	6		
1200	5	3400	5	5600	5		
1300	5	3500	5	5700	4		
1400	5	3600	5	5800	5		
1500	5	3700	5	5900	4		
1600	5	3800	5	6000	5		
1700	5	3900	5	6100	5		
1800	4	4000	5	6200	5		
1900	5	4100	6	6300	5		
2000	5	4200	5	6400	5		
2100	4	4300	5	6500	5		

⑥ まとめ

a) 内部電極表面状態

5 電極の底部、口元部、排気マニホールド部では超音波エアーが届いていないため膜（汚れ）の付着が明らかに多い。超音波エアーが近距離（5 mm）で当たっている部分では、吹き付け面と吹き付け裏面での膜（汚れ）の付着量に大きな差は見られなかった。

b) 内部電極表面抵抗値測定

底部、胴部では抵抗値に大きな変化は見られなかった。口元部、排気マニホールド部では放電を重ねる度に絶縁化が進んでいる。超音波エアーが全く当たっていない為、顕著に悪化が早い。

c) 反射波・マッチングポイント

- 5 反射波は初期から7000バッチ終了まで4～6Wで安定していた。約4000バッチ以降、放電が不安定になることが確認された(プラズマの目視観察によると放電光が若干ちらつく程度)。その際、反射波も9→25→6→5のように大きくふらつく。マッチングポイントは初期から7000バッチ終了まで安定していた。

10

◎比較例

内部電極をクリーニングしない場合の放電状況・電極の状態を確認し、電極クリーニングの効果を検証した。実験は図1に示したものと同様の装置を用いて行なったが、クリーニング装置を作動させない条件とした。

15

① 成膜プロセス条件

表5に条件をまとめた。

【表5】

a)真空系	b)ガス供給系	c) RF供給系
到達圧力:6.65Pa 成膜圧力:26.6Pa ※排気マニホールドでの真空度	ガス種:C ₂ H ₂ (アセチレン) ガス流量:50sccm ガス安定化時間:1.0 sec	RF出力:400W 周波数:13.56MHz 放電時間:3.0 sec

② ワーク (内部電極仕様)

- 20 チャンバー内エアードロー方式と同様とした。

③ 測定項目

a) 内部電極の光学顕微鏡観察(内部電極拡大写真(50倍))を行った。観察箇所は4ヶ所(底部、胴部、ボトル口元部、排気マニホールド部)とした。ただし観察回数は2回とした。すなわち、50
25 0バッチと600バッチである。600バッチは放電不可状態となってお

り、これを上限成膜回数とした。

b) 内部電極の表面抵抗値を測定した。測定箇所は4ヶ所（底部、胴部、ボトル口元部、排気マニホールド部）とした。ただし観察回数は2回とした。すなわち、500バッチと600バッチである。6

5 00バッチは放電不可状態となっており、これを上限成膜回数とした。

a), b)における測定ポイントA、B、C、Dはチャンバー内エアブロー方式と同様とした。

c) 反射波の測定

高周波出力は4.00W、成膜時間は3.0秒で行ない、測定バッチは1,50,100,……,600バッチとした。

d) ボトルサンプリング

バリア性測定用サンプリングは、1,500バッチとした。膜厚目視用サンプリングは1,100,……,500バッチとした。

④実験結果

15 a) 内部電極の光学顕微鏡観察

500バッチ終了後については次の通りである。図40は比較例を示すノンクリーニング500バッチ終了後の内部電極写真、図41は比較例を示すノンクリーニング500バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50倍）A部、図42は比較例を示すノンクリーニング500バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、図43は比較例を示すノンクリーニング500バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（50倍）C部、図44は比較例を示すノンクリーニング500バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（50倍）D部をそれぞれ示す。

25 600バッチ終了後については次の通りである。図45は比較例を示すノンクリーニング600バッチ終了後の内部電極写真、図46は比較例を示すノンクリーニング600バッチ終了後の内部電極底部拡大写真（50倍）A部、図47は比較例を示すノンクリーニング600バッチ終了後の内部電極胴部拡大写真（50倍）B部、

図 4 8 は比較例を示すノンクリーニング 6 0 0 バッチ終了後の内部電極ボトル口元部拡大写真（5 0 倍）C 部、図 4 9 は比較例を示すノンクリーニング 6 0 0 バッチ終了後の内部電極排気マニホールド部拡大写真（5 0 倍）D 部をそれぞれ示す。

5 b) 内部電極表面抵抗値測定

表 6 に表面抵抗値を示した。

c) 反射波

表 7 に反射波の測定値を示す。

d) ボトルサンプリング

- 10 バリア性測定用サンプリング（1 バッチと 5 0 0 バッチ）についてバリア性を測定したところ、差異はなかった。膜厚目視用サンプリング（1, 1 0 0, ……., 5 0 0 バッチ）について、目視観察したところ、膜厚のバラツキは感じられなかった。

⑤まとめ

15 a) 内部電極表面状態

5 0 0 バッチ終了時点で多くの膜（汚れ）が付着していた。排気マニホールド部、口元部に膜（汚れ）が集中して付着していた。

b) 内部電極表面抵抗値測定

- 20 5 0 0 バッチ終了時点で C 部（口元部）、D 部（マニホールド部）の電気抵抗が大きい値を示していた。放電不可の 6 0 0 バッチの電極では A～D のすべての個所で絶縁化されていた。

c) 反射波・マッチングポイント

- 25 5 0 バッチ程度までは安定した反射波を示していた（4～6 W）。1 0 0 バッチ以降、反射波の乱れが確認されるようになった。3 0 0 バッチ以降、反射波が乱れる割合が大きくなった（約 8 割程度）。約 6 0 0 バッチ成膜した時点で放電不可となる。電極を新品に交換し放電すると安定した放電が起きるので電極に付着した膜（汚れ）が放電を妨げる原因であると推測できる。

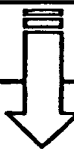

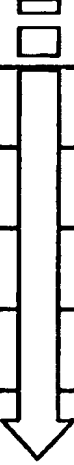




チャンバー内エアブロー方式（実施例その 1）及びチャンバー

外超音波エアブロー方式（実施例その２）とノンクリーニング（比較例）とを比較すると、本実施形態にかかる内部電極クリーニングの優位性が確認できた。

【表 6】 表面抵抗値

(パッチ)	底部(Ω)	胴部(Ω)	口元部(Ω)	排気気マニホールド(Ω)
500	0.03	0.05	9.7M	7.47M
600	∞	∞	∞	∞

5 【表 7】 反射波

	反射波(W)	到達真空度(Pa)	成膜圧力(Pa)	TUNE LOAD	備考
1	5	7.51	11.09	7.0	 反射波は4~6に安定
				6.2	
50	5	5.31	8.27	7.0	
				6.3	
100	7	9.08	10.51	7.0	 瞬間的に20~40の反射波が見られる
				6.2	
150	5	7.65	9.51	7.0	
				6.1	
200	3	9.03	10.95	7.0	 反射波の乱れが大きくなる(全体の8割程度)
				6.1	
250	5	9.11	9.44	7.0	
				6.3	
300	7	9.22	11.23	7.0	 放電不可
				6.2	
350	7	9.31	10.17	7.0	
				6.4	
400	7	9.34	10.63	7.0	 放電不可
				6.4	
450	7	8.13	9.64	7.0	
				6.4	
500	7	10.36	10.68	7.0	 放電不可
				6.4	
550	6	6.34	10.85	7.0	
				6.2	
600	91~106	6.96	8.99	7.0	 放電不可
				9.1	

請 求 の 範 囲

1. 密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD（化学気相成長）膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃方法において、前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成したのち前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射するととともに該圧縮エアーの噴射によって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように吸引排出手段により前記汚れを前記成膜チャンバーの系外に排出させることを特徴とするCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。
2. 前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に設けた圧縮エアーの噴射部から前記原料ガス導入管の求心方向に向け圧縮エアーを噴射することを特徴とする請求項1記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。
3. 前記噴射部の上方位置に設けた吸引排出部から前記吸引排出手段によって前記圧縮エアーと前記汚れを吸引除去することを特徴とする請求項1又は2記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。
4. 前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に圧縮エアーの噴射部を設け、該噴射部の上方位置に吸引排出部を設け、該吸引排出部の上方位置に圧縮エアーの第2噴射部を設け、前記噴射部は下から上に向けて圧縮エアーを噴射し且つ前記第2噴射部は上から下に向けて圧縮エアーを噴射すると共に、前記吸引排出部は前記圧縮エアーと前記汚れを吸引除去することを特徴とする請求項1記載のCVD

成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

5. 前記吸引排出手段による吸引排気量は、前記圧縮エアアの空気供給量よりも多いことを特徴とする請求項 1、2、3 又は 4 記載の C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

- 5 6. 前記 C V D 膜の成膜はターンテーブル上にサークル状に設置した複数の前記成膜チャンバーでそれぞれ行ない、前記ターンテーブルが 1 回転する間に、前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で前記原料ガス導入管の外表面に付着形成された炭素粉を主成分とする汚れを圧縮エアアの噴射により除去し、その除去した汚れを前記成膜チャンバーの系外に吸引排出する工程を完了することを特徴とする請求項 1、2、3、4 又は 5 記載の C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

- 15 7. 密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをプラズマ化させてプラスチック容器内表面に C V D 膜を形成するときに、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃方法において、前記プラスチック容器の内表面に C V D 膜を形成したのち前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で、前記汚れに向けて超音波エアアをブローするととともに該超音波エアアのブローによって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及び C V D 膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように吸引排出手段により前記汚れを前記成膜チャンバーの系外に排出させることを特徴とする C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

25 8. 前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に設けた超音波エアアのブロー部から前記原料ガス導入管の求心方向に向け超音波エアアをブローすることを特徴とする請求項 7 記載の C V D 成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

9. 前記ブロー部の上方位置に設けた吸引排出部から前記吸引排出手段によって前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去することを特徴とする請求項7又は8記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

- 5 10. 前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に超音波エアーのブロー部を設け、該ブロー部の上方位置に吸引排出部を設け、該吸引排出部の上方位置に超音波エアーの第2ブロー部を設け、前記ブローは下から上に向けて超音波エアーをブローし且つ前記第2ブロー部は上から下に向けて超音波エアーをブローすると共に、前記吸引
- 10 排出部は前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去することを特徴とする請求項7記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

11. 前記吸引排出手段による吸引排気量は、前記超音波エアーの空気供給量よりも多いことを特徴とする請求項7、8、9又は10
- 15 記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

12. 前記CVD膜の成膜はターンテーブル上にサークル状に設置した複数の前記成膜チャンバーでそれぞれ行ない、前記ターンテーブルが1回転する間に、前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で前記原料ガス導入管の外表面に付着形成された炭素粉を主成分とする汚れを超音波エアーのブローにより除去し、その除去した汚れを前記成膜チャンバーの系外に吸引排出する工程を完了することを特徴とする請求項7、8、9、10又は11
- 20 記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

13. 密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、
- 25

前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射する圧縮エアー噴射手段と、前記圧縮エアーの噴射によって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とするCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。

10 14. 前記圧縮エアー噴射手段により噴射される圧縮エアーの噴射部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置したことを特徴とする請求項13記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。

15 15. 前記圧縮エアーと前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記噴射部の上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置したことを特徴とする請求項13又は14記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。

20 16. 前記圧縮エアー噴射手段により噴射される圧縮エアーの噴射部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置し、前記圧縮エアーと前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記噴射部の上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置し、前記圧縮エアー噴射手段により噴射される圧縮エアーの第2噴射部を前記吸引排出部の上方位置で前記原料ガス導入管の外側周囲に配置し、前記噴射部の圧縮エアー噴射方向を上方に向け且つ前記第2噴射部の圧縮エアーの噴射方向を下方に向けたこと
25 17. 密封可能で外部電極の機能を備えた成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在で内部電極を兼ねた原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガ

- スをプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて超音波エアーをブローする超音波エアーブロー手段と、前記超音波エアーのブローによって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とするCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。
- 5 18. 前記超音波エアーブロー手段によりブローされる超音波エアーのブロー部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に配置したことを特徴とする請求項17記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。
- 10 19. 前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記ブロー部の上方位置に配置したことを特徴とする請求項17又は18記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。
- 15 20. 前記超音波エアーブロー手段によりブローされる超音波エアーのブロー部を前記成膜チャンバーの上部又は上方位置に配置し、前記超音波エアーと前記汚れを吸引除去するための吸引排出部を前記ブロー部の上方位置に配置し、前記超音波エアーブロー手段によりブローされる超音波エアーの第2ブロー部を前記吸引排出部の上方位置に配置し、前記ブロー部の超音波エアーブロー方向を上方に向け且つ前記第2ブロー部の超音波エアーのブロー方向を下方に向けたことを特徴とする請求項17記載のCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。
- 20 21. 密封可能な成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該
- 25

プラスチック容器内に挿入した昇降自在の原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをマイクロ波によりプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃方法において、前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成したのち前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す過程で、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射又は超音波エアーをブローするととともに該圧縮エアーの噴射又は該超音波エアーのブローによって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように吸引排出手段により前記汚れを前記成膜チャンバーの系外に排出させることを特徴とするCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃方法。

22. 密封可能な成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在の原料ガス導入管から原料ガスを導入し、該原料ガスをマイクロ波によりプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するとき、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて圧縮エアーを噴射する圧縮エアー噴射手段と、前記圧縮エアーの噴射によって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とするCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。

23. 密封可能な成膜チャンバーにプラスチック容器を収容し、該プラスチック容器内に挿入した昇降自在の原料ガス導入管から原料

ガスを導入し、該原料ガスをマイクロ波によりプラズマ化させてプラスチック容器内表面にCVD膜を形成するときに、前記原料ガス導入管の外表面に付着形成される炭素粉を主成分とする汚れを清掃する原料ガス導入管の清掃装置において、前記プラスチック容器の内表面にCVD膜を形成した後のタイミングに合わせて前記原料ガス導入管を前記プラスチック容器内から抜き出す原料ガス導入管抜き出し手段と、前記汚れに向けて超音波エアーをブローする超音波エアーブロー手段と、前記超音波エアーのブローによって除去された前記汚れが前記成膜チャンバー及びCVD膜を形成したプラスチック容器側に移行しないように前記成膜チャンバーの系外に排出させる吸引排出手段とを備えたことを特徴とするCVD成膜装置に使用する原料ガス導入管の清掃装置。

24. 前記原料ガス導入管に使用する基体素材は、表面を研磨したSUS304若しくはSUS316とするか、あるいはその表面処理である硬質金合金メッキの材質を99.7Au-0.3Co、99.8Au-0.2Ni等の酸性硬質金メッキとしたものであることを特徴とする請求項13乃至23記載の原料ガス導入管の清掃装置。

Fig.1

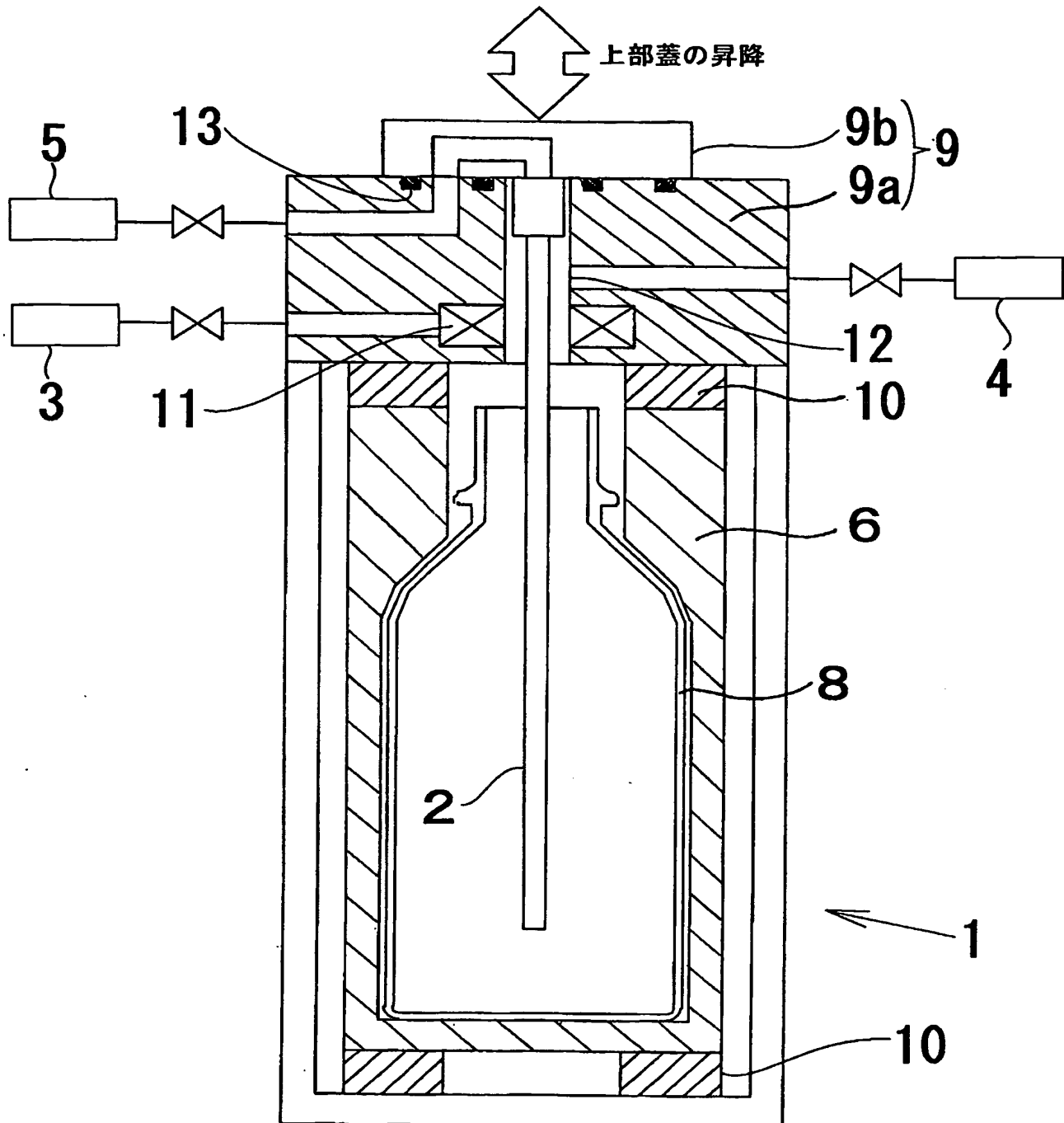
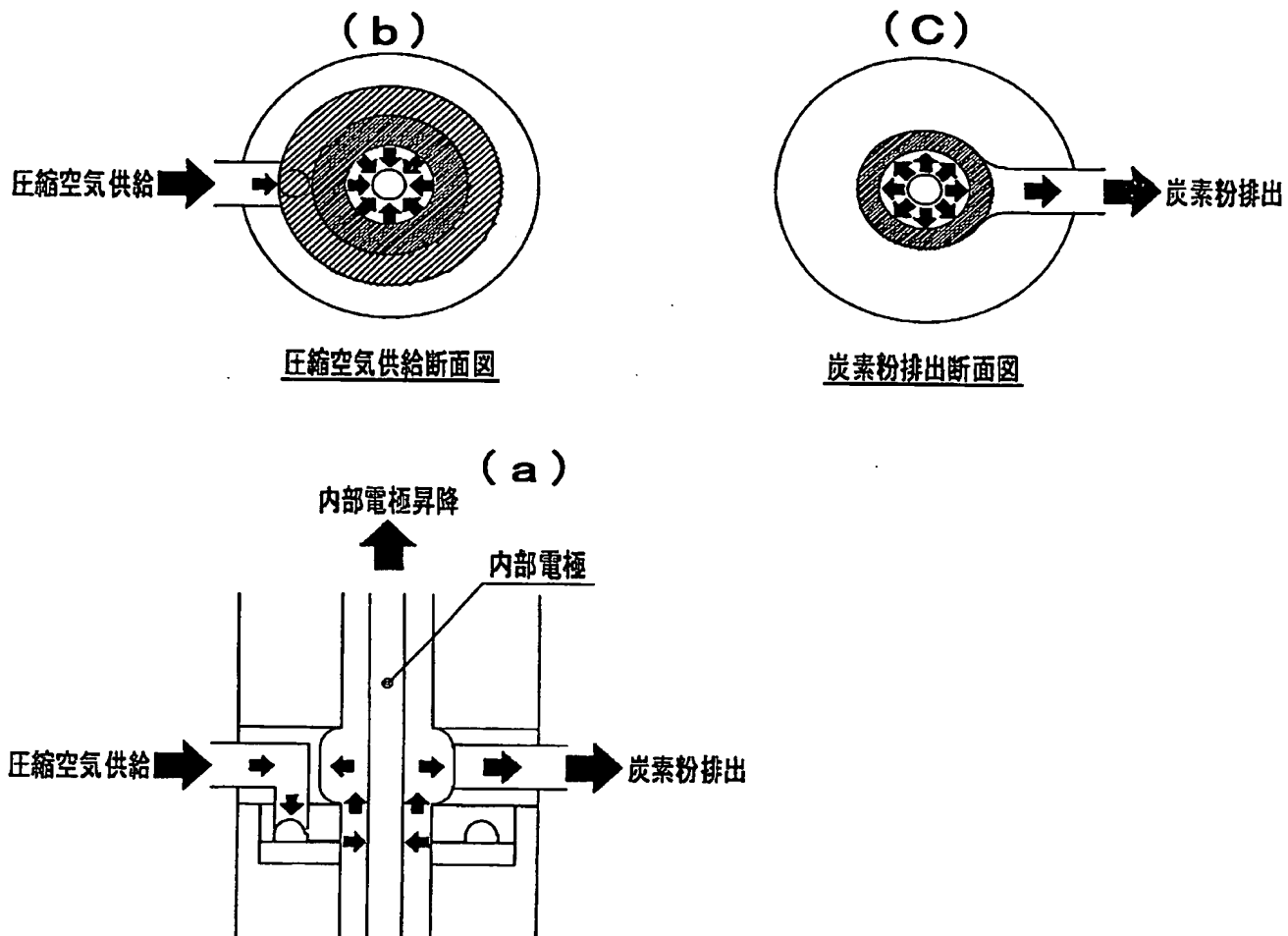


Fig.2



3/16

Fig.3

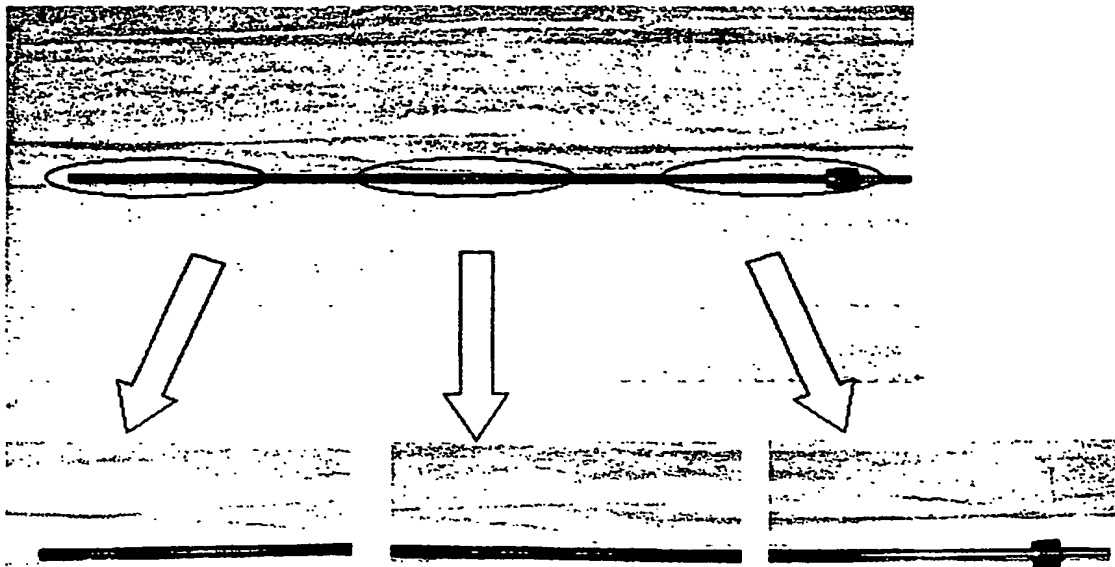


Fig.4

Fig.5

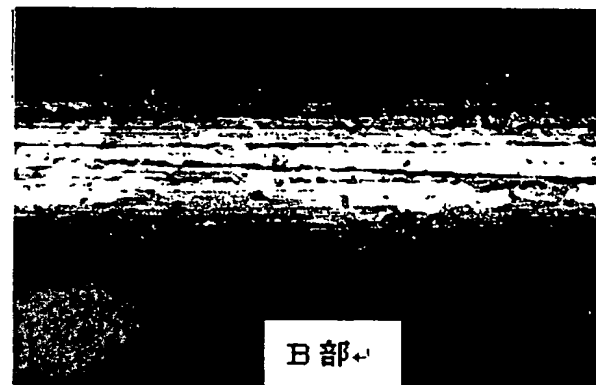
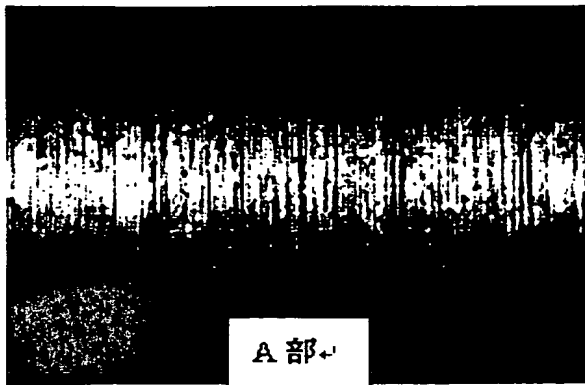


Fig.6

Fig.7

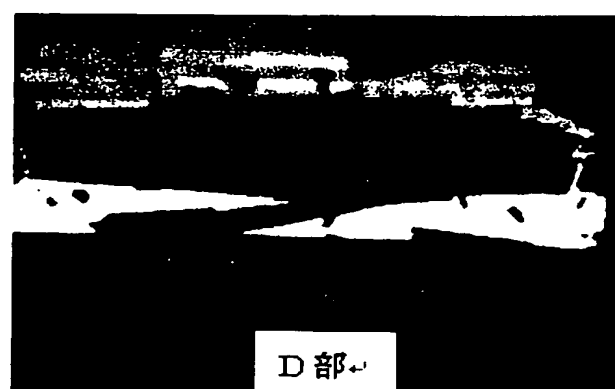


Fig.8

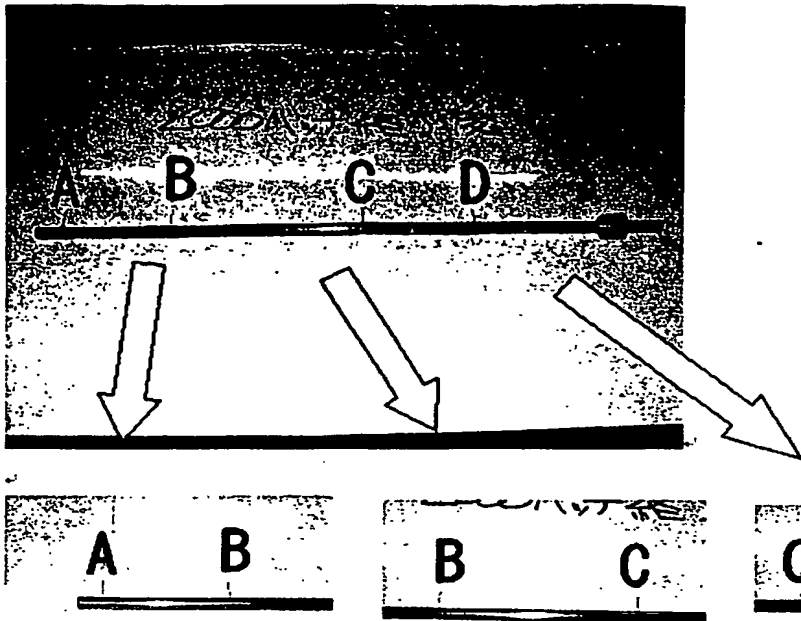


Fig.9

Fig.10

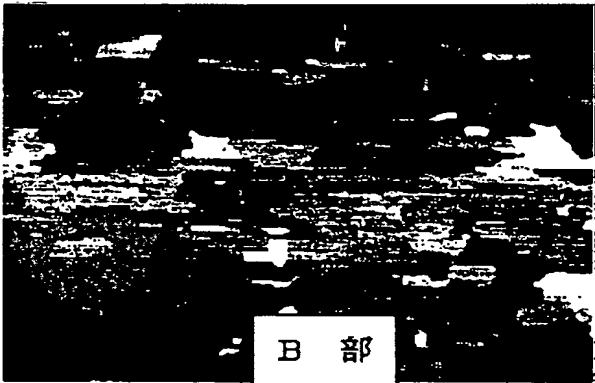
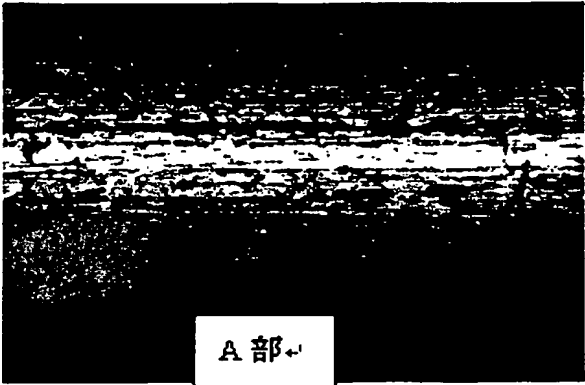
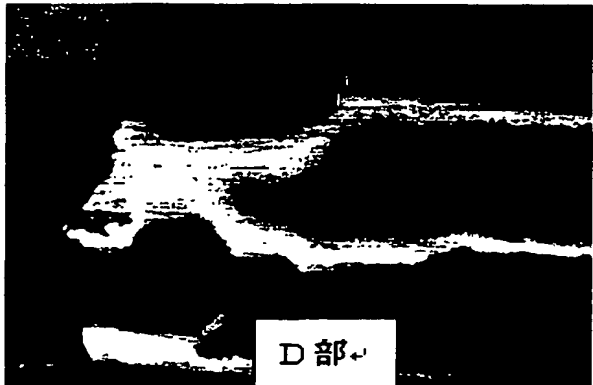
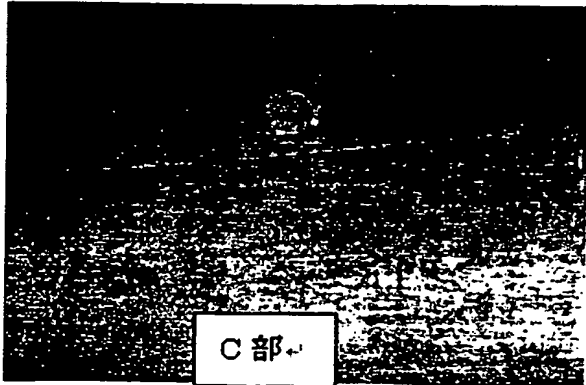


Fig.11

Fig.12



5/16

Fig.13

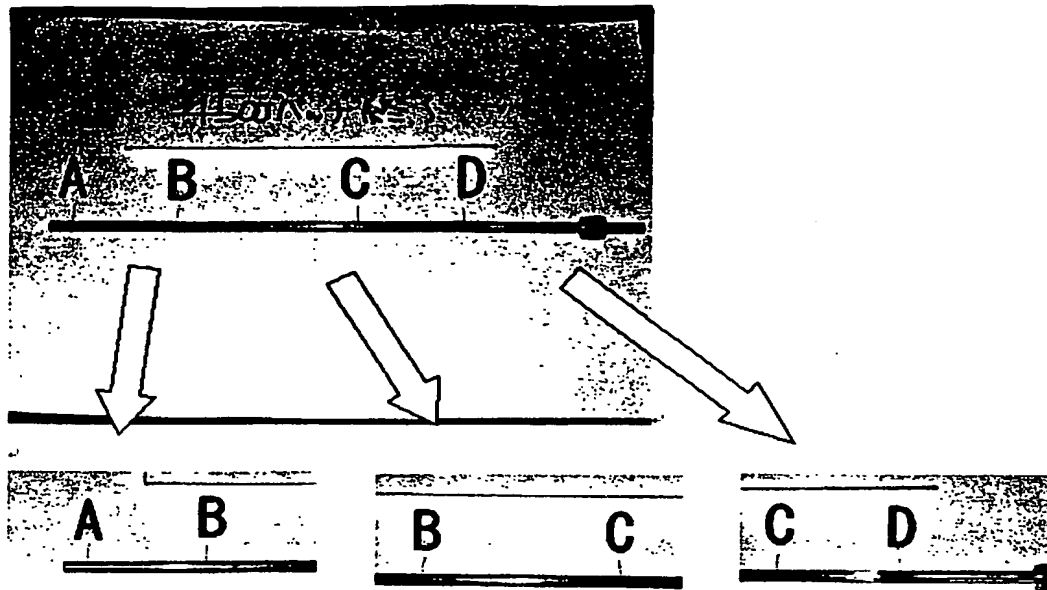


Fig.14

Fig.15

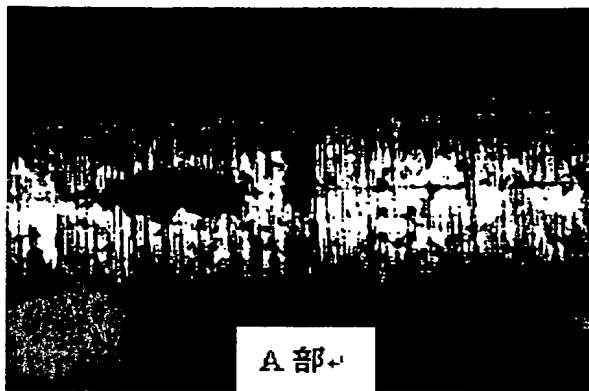


Fig.16

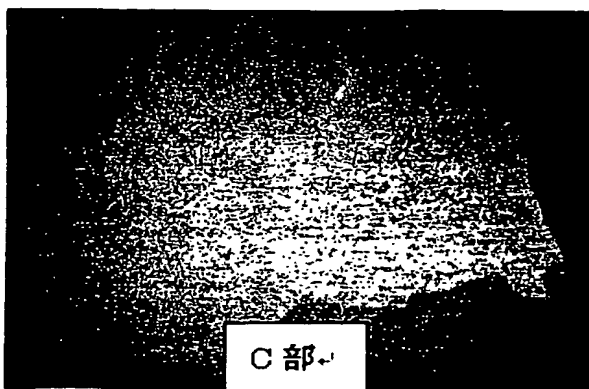


Fig.17

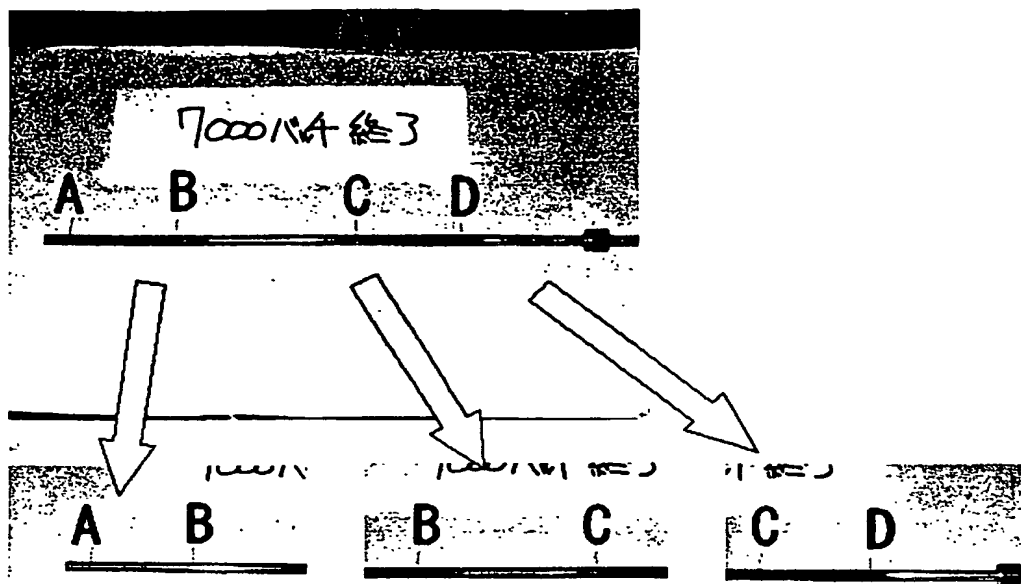


Fig.18

Fig.19

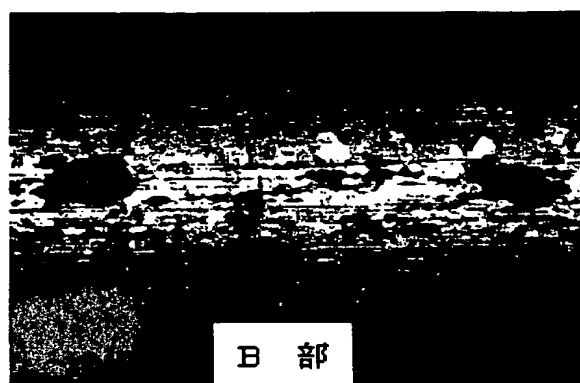
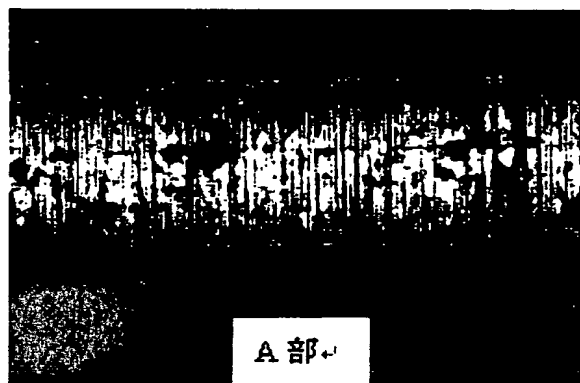
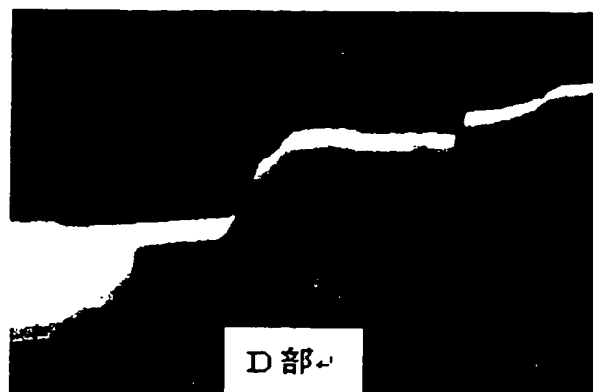
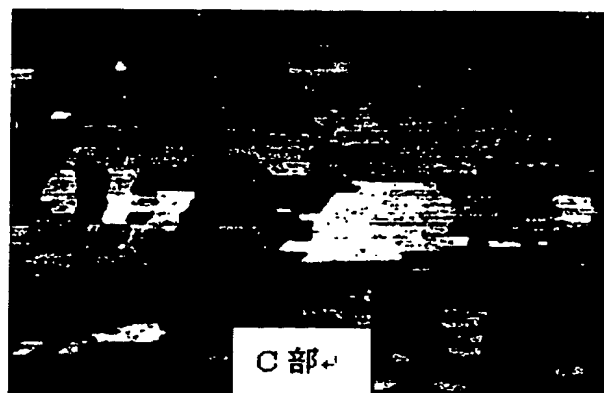


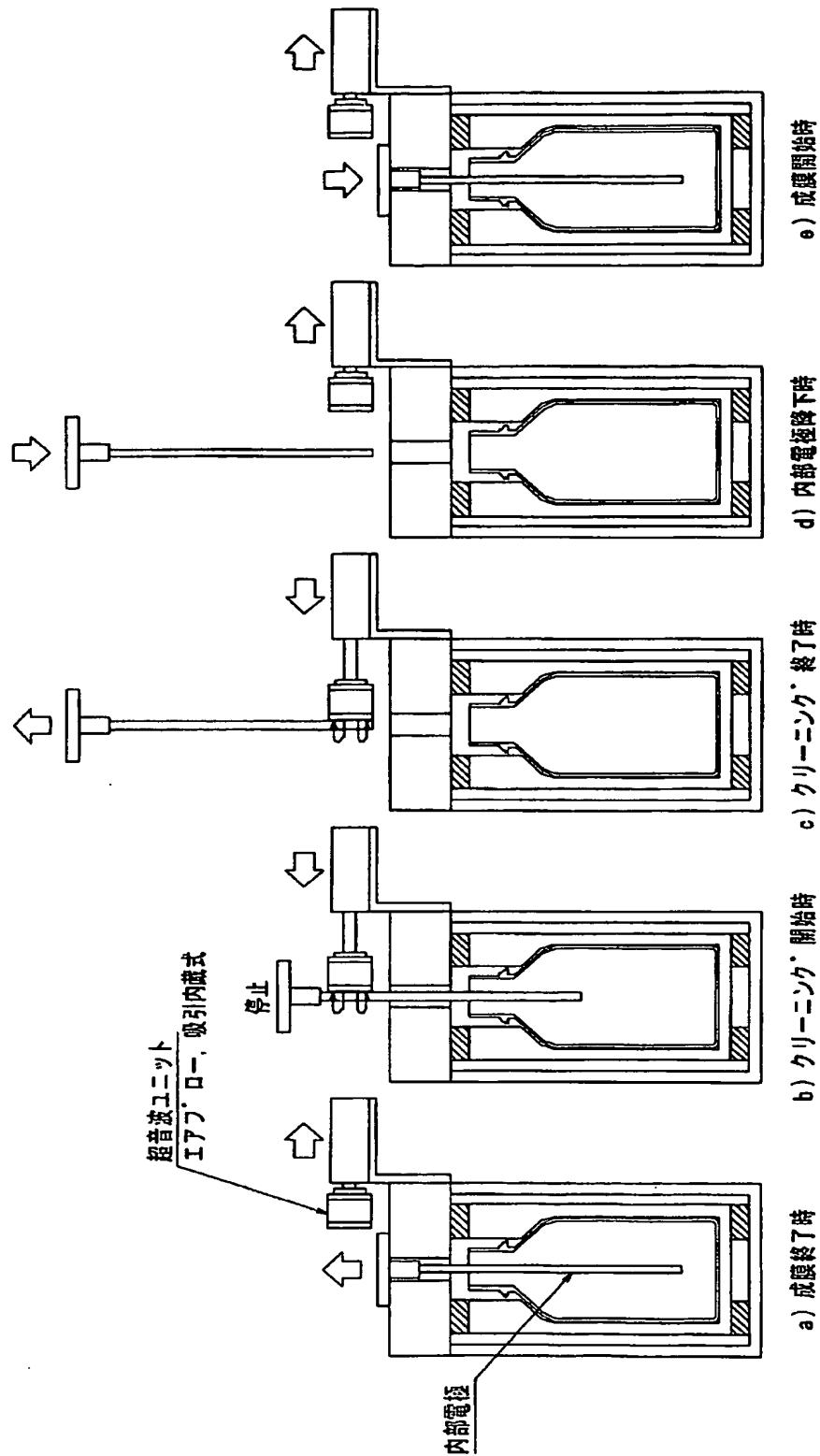
Fig.20

Fig.21



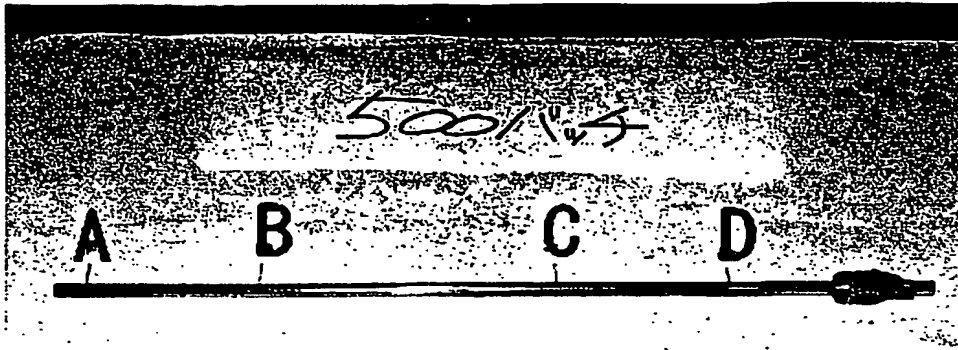
7/16

Fig.22



8/16

Fig.23



9/16

Fig.24

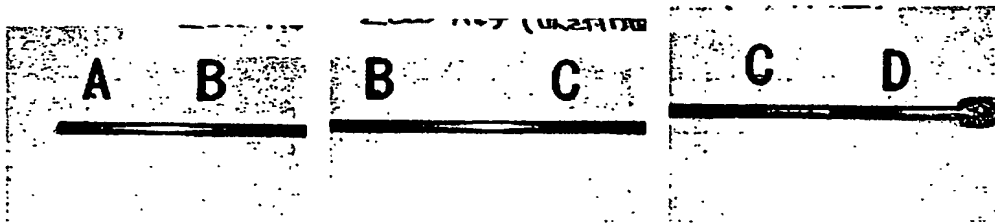
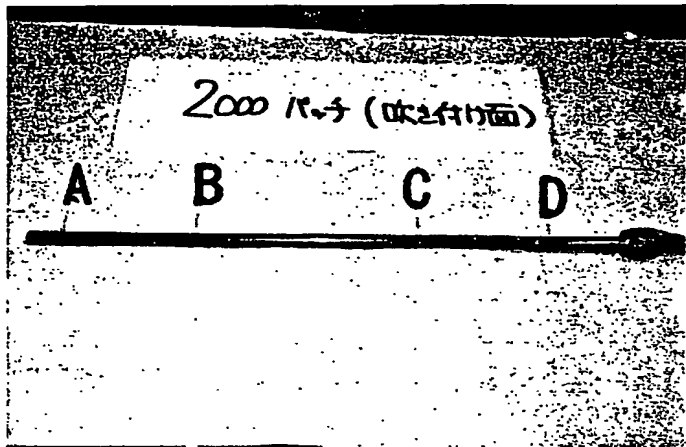


Fig.25

Fig.26

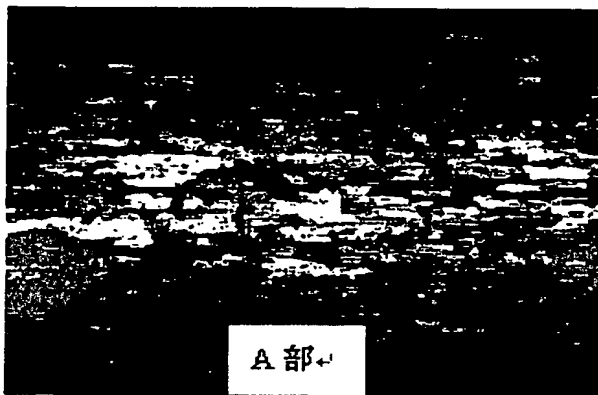


Fig.27

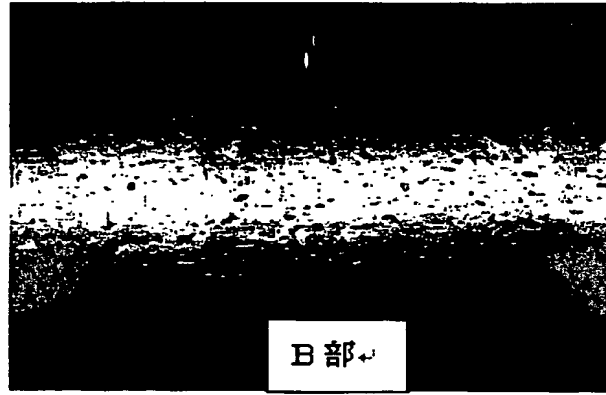
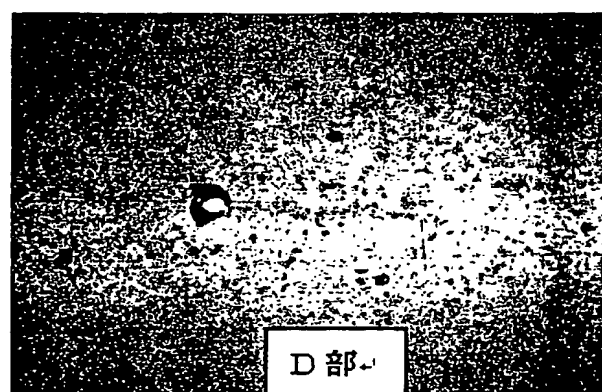
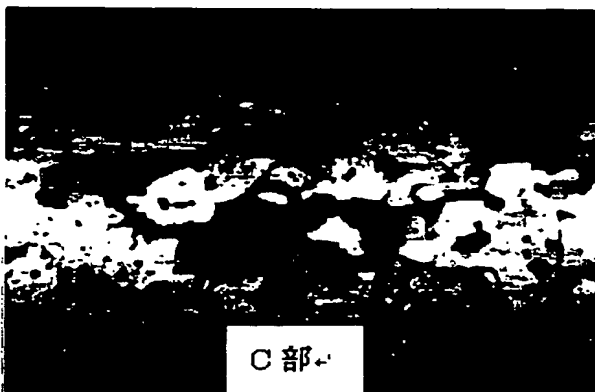


Fig.28



10/16

Fig.29

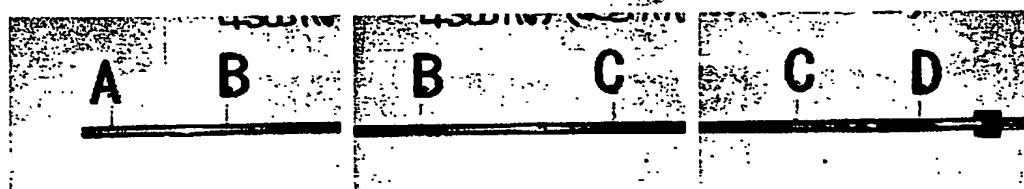
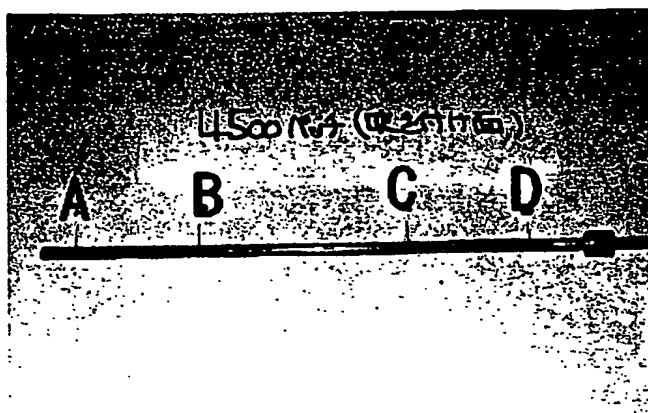


Fig.30

Fig.31

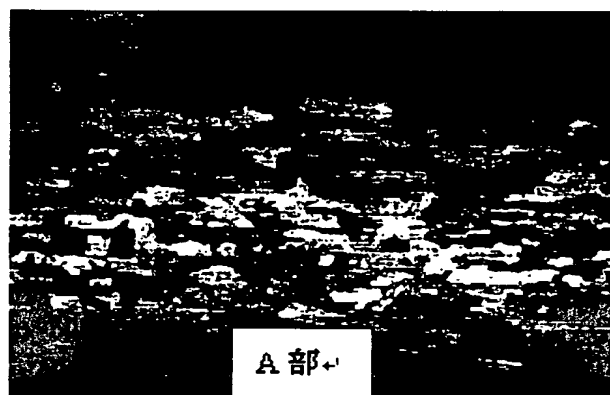


Fig.32

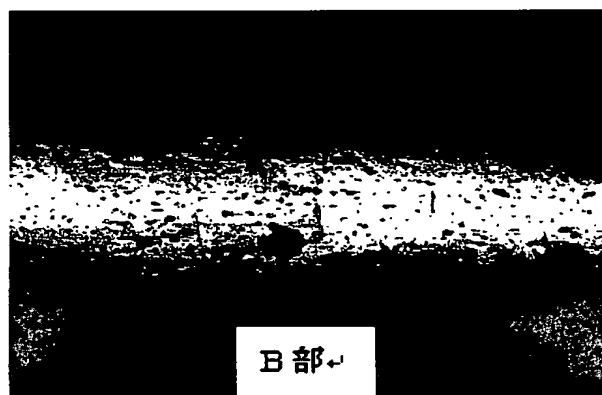
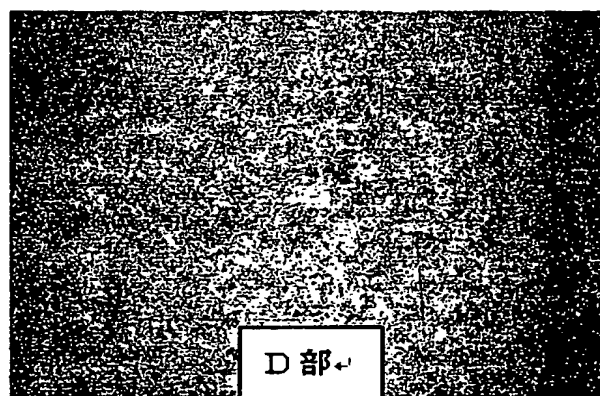


Fig.33



11/16

Fig.34

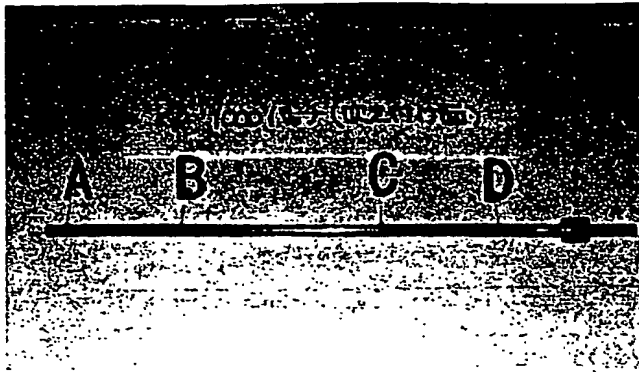


Fig.35

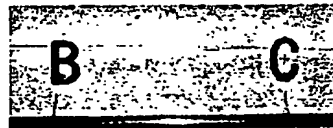


Fig.36

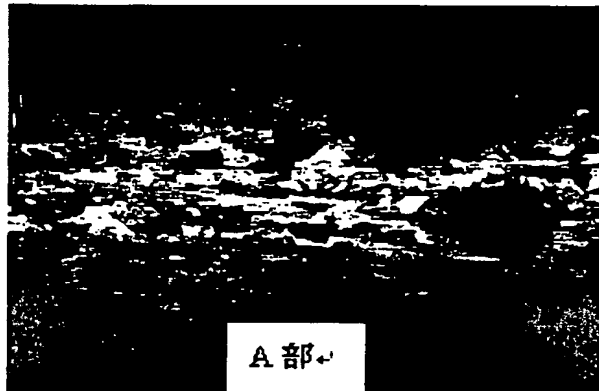


Fig.37

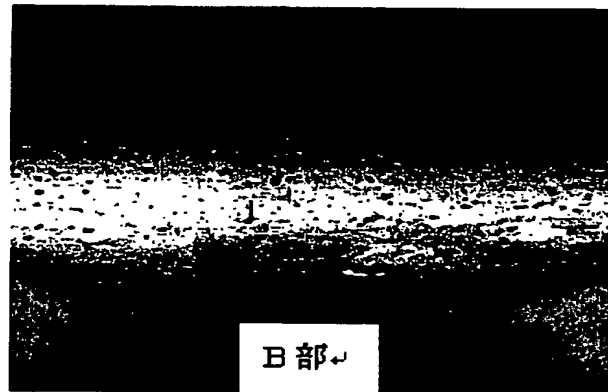
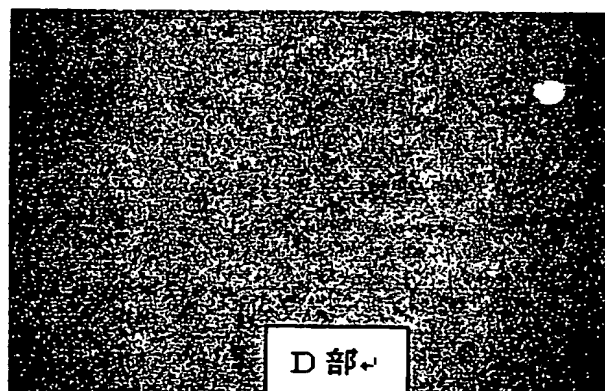
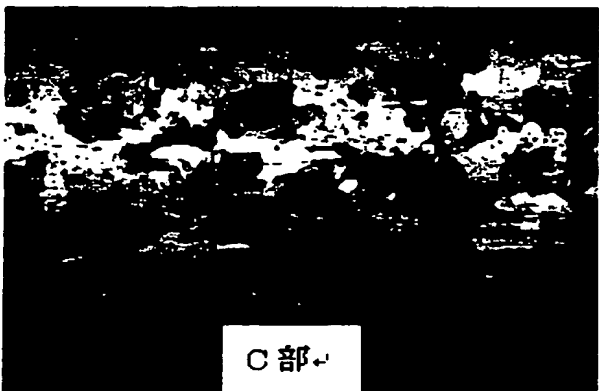


Fig.38



12/16

Fig.39

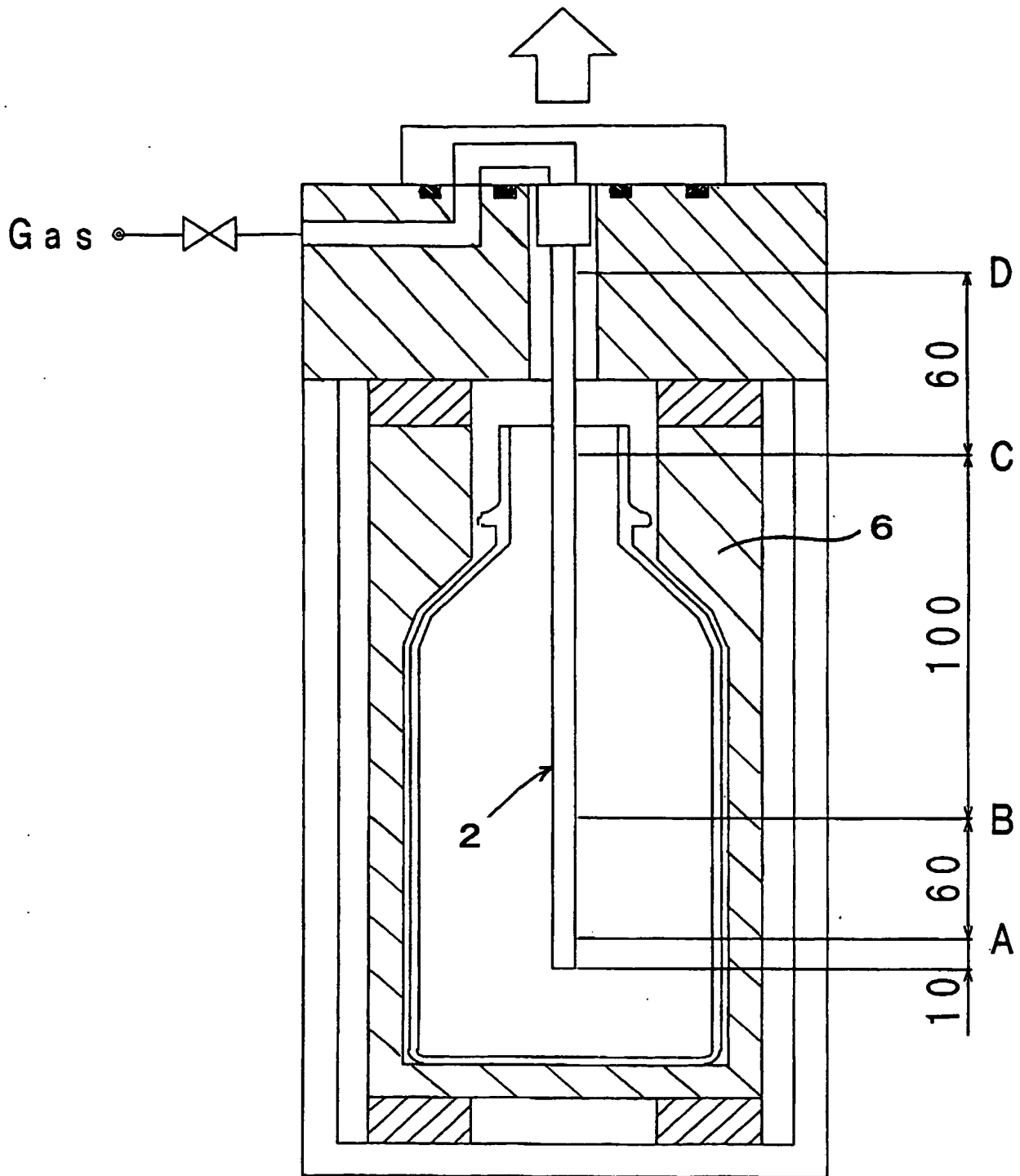


Fig.40

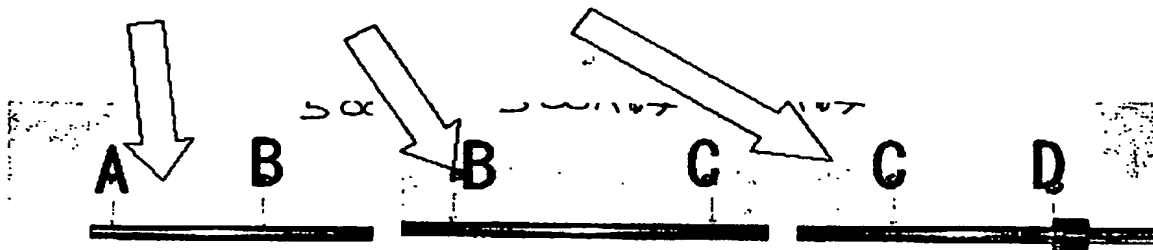
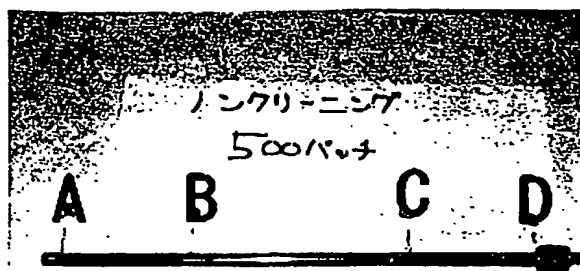


Fig.41

Fig.42

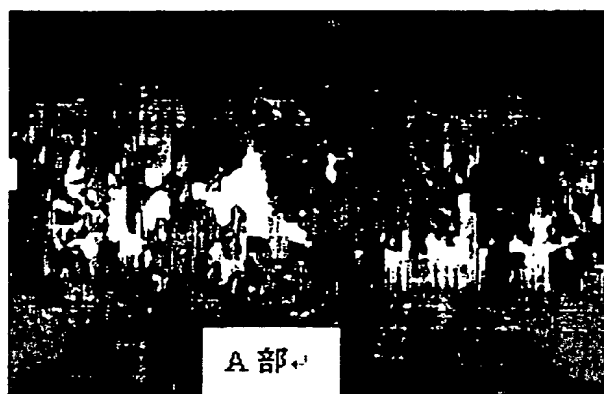


Fig.43

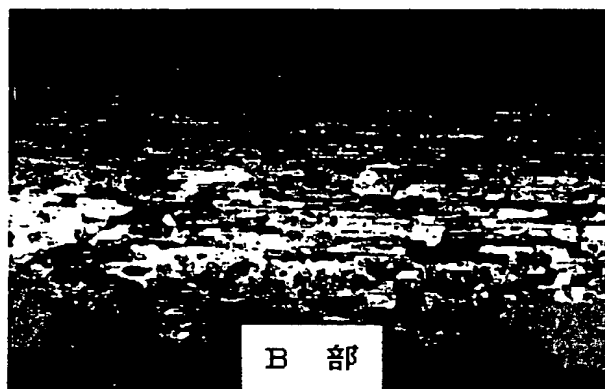
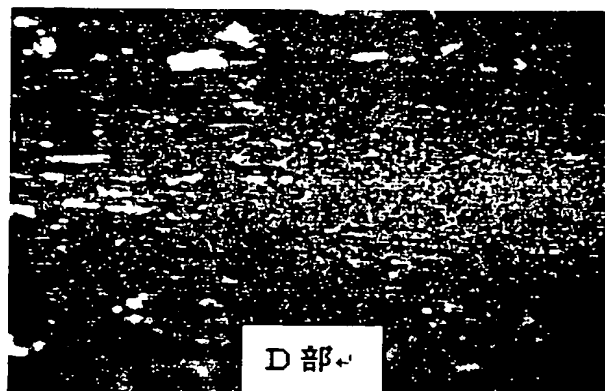
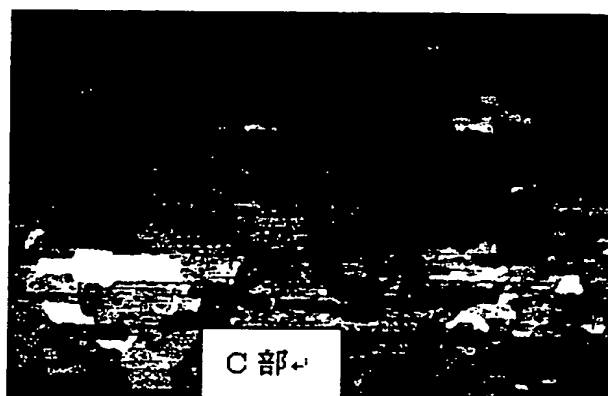


Fig.44



14/16

Fig.45

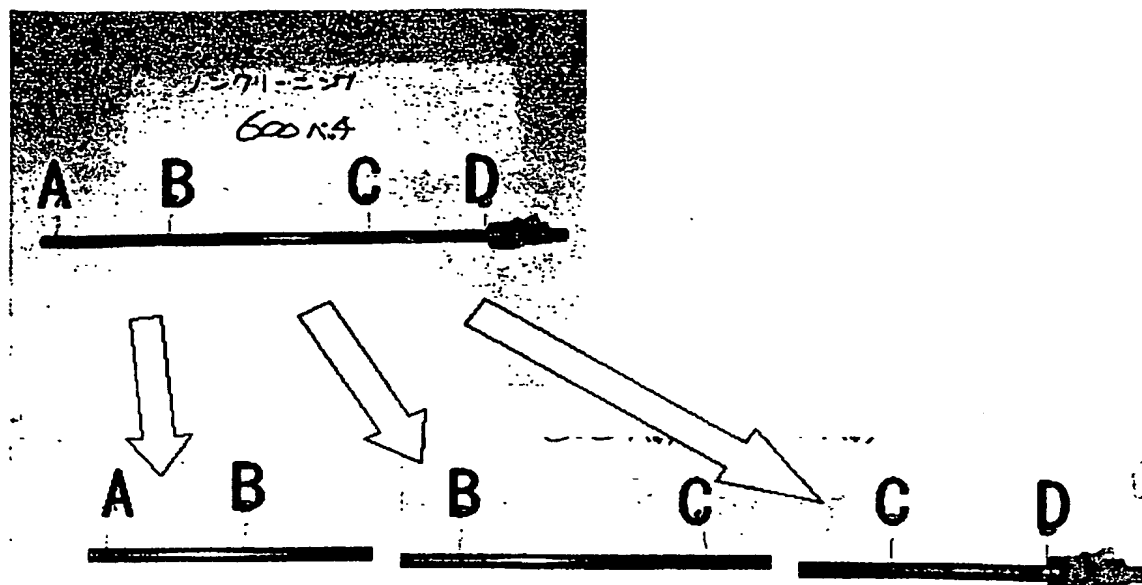


Fig.46

Fig.47

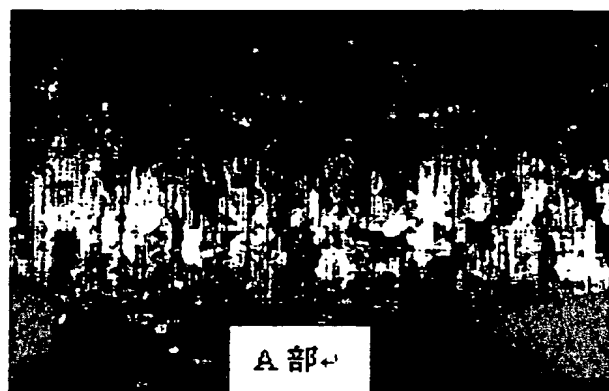


Fig.48

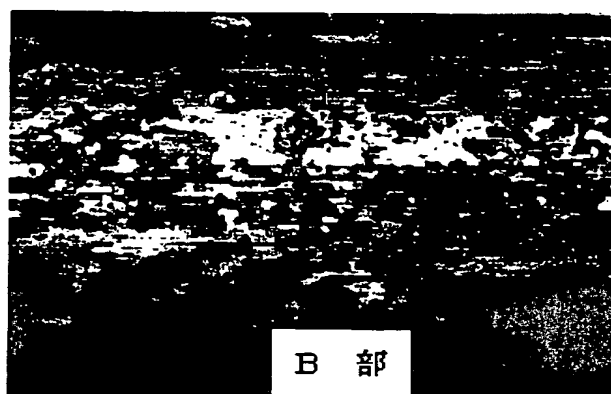
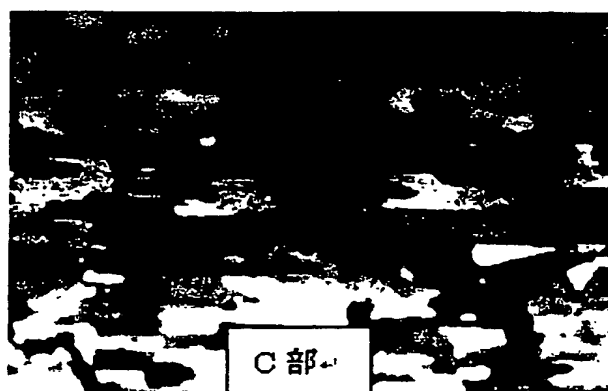
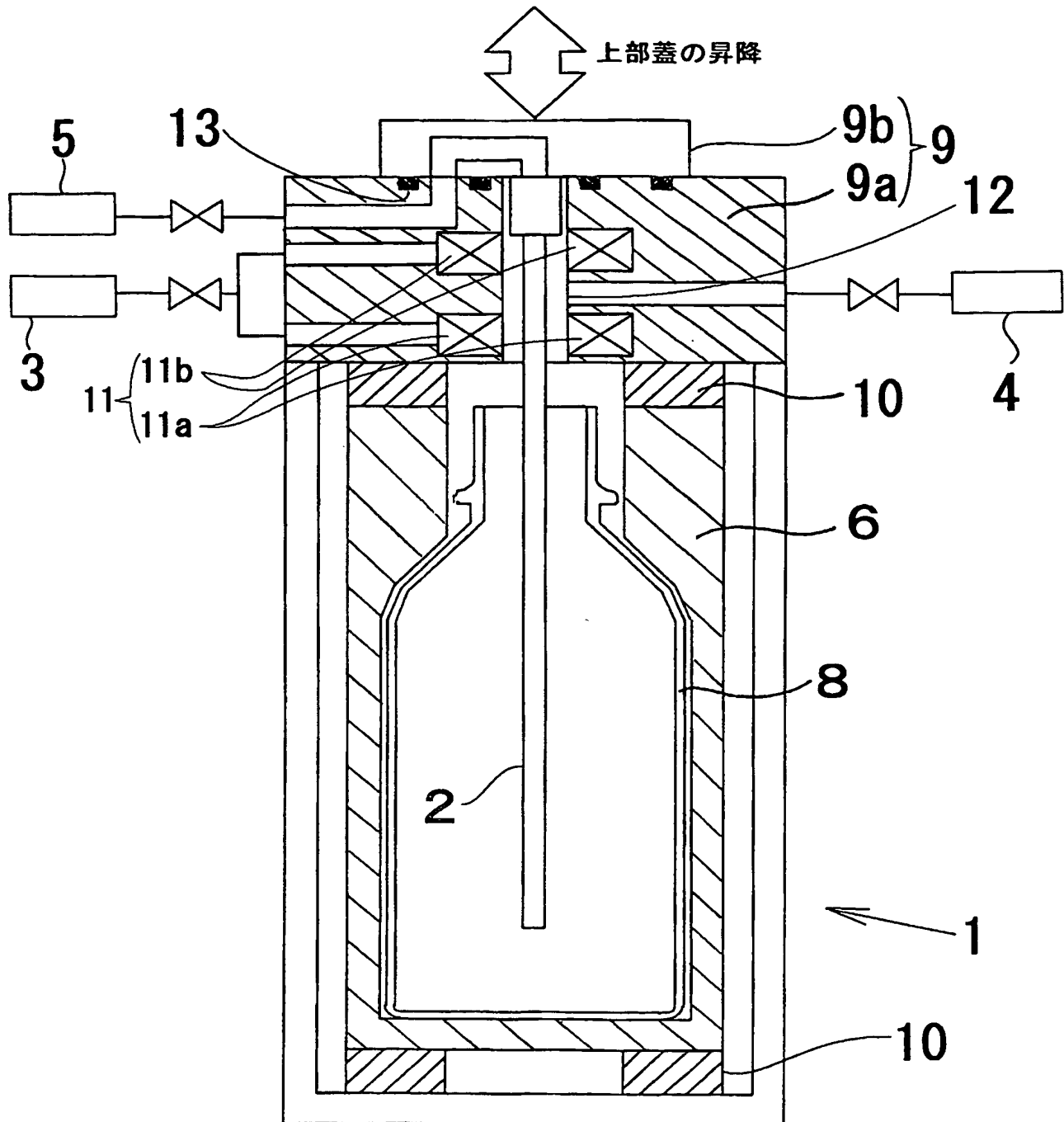


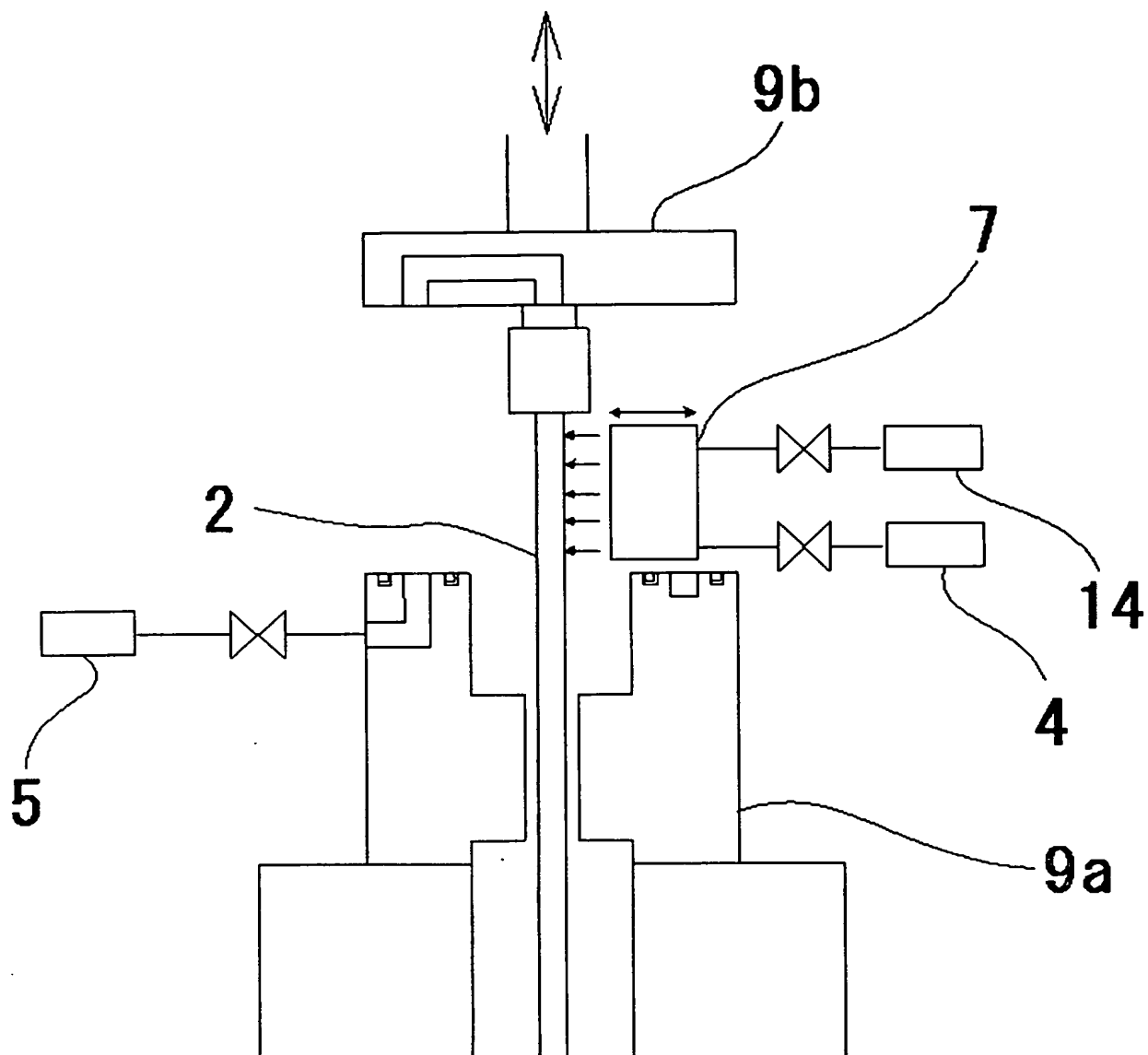
Fig.49





16/16

Fig.51



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

T/JP03/06331

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl⁷ C23C16/26, B65D23/02

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C23C16/00-16/56, B65D23/00-23/56

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1926-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2003	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2001-335946 A (Mitsubishi Shoji Plastics Kabushiki Kaisha), 07 December, 2001 (07.12.01), Full text (Family: none)	1-24
A	JP 2002-121667 A (Mitsubishi Shoji Plastics Kabushiki Kaisha), 26 April, 2002 (26.04.02), Full text (Family: none)	1-24



Further documents are listed in the continuation of Box C.



See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
11 August, 2003 (11.08.03)

Date of mailing of the international search report
26 August, 2003 (26.08.03)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.⁷ C23C16/26、B65D23/02

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl.⁷ C23C16/00-16/56、B65D23/00-23/56

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報 1926-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2003年
 日本国実用新案登録公報 1996-2003年
 日本国登録実用新案公報 1994-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 2001-335946 A (三菱商事プラスチック株式会社) 2001.12.07 全文, (ファミリーなし)	1-24
A	JP 2002-121667 A (三菱商事プラスチック株式会社) 2002.04.26 全文, (ファミリーなし)	1-24

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

11.08.03

国際調査報告の発送日

23.03.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)
 郵便番号100-8915
 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

宮澤 尚之

4G

9278

電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.